

Bakalářská práce

Fraktografická analýza porušení ocelových součástí
Fractographic Failure Analysis of Steel Components

Jméno autora: Marek Tlolká

Rok odevzdání: 2021

ABSTRAKT

Bakalářská práce se zabývá lomy ocelových částí, a zvláště pak fraktografickou analýzou lomových ploch. Zvláštní důraz je kladen na rastrovací elektronovou mikroskopii, která je v současnosti nejvýznamnějším nástrojem fraktografické analýzy. Práce stručně nastiňuje historický vývoj studia lomů, dále se zabývá nástroji využívanými ve fraktografické analýze a v neposlední řadě klasifikuje lomy na základě jednotlivých parametrů. Vzhledem k charakteristice lomu, zkoumaného v praktické části práce, byla v práci zahrnuta i kapitola věnující se vodíkové křehkosti.

Praktickou částí bakalářské práce je zkoumání příčin porušení ozubeného kola metodami fraktografické analýzy.

Klíčová slova: Rastrovací elektronová mikroskopie, EDS analýza, tvárný lom, štěpný lom, vodíková křehkost

ABSTRACT

The bachelor thesis deals with steel components' fractures, particularly fractographic analysis of fracture surfaces. The special emphasis is focused on scanning electron microscopy, which represents the most important tool of fractographic analysis nowadays. The thesis briefly outlines the historical development of fracture research, it is also concerned with tools applied in fractographic analysis, and finally, it classifies fractures by virtue of their parameters. Taking into consideration the fracture characteristics investigated in the practical part of this thesis, it comprises a chapter dealing with hydrogen embrittlement.

The practical part of this bachelor thesis presents the investigation of gear's fracture causes by methods of fractographic analysis.

Key words: Scanning electron microscopy, EDS analysis, ductile fracture, brittle fracture, hydrogen embrittlement

Poděkování

Děkuji své vedoucí bakalářské práce, Ing. Kateřině Konečné, Ph.D, za ochotu a cenné připomínky, které mi poskytla v průběhu psaní.

OBSAH

Úvod.....	6
1 Historický vývoj fraktografické analýzy.....	6
2 Experimentální metody pro hodnocení lomů.....	8
2.1 Makrofraktografické metody	8
2.1.1 Optická Stereomikroskopie	8
2.2 Rastrovací elektronová mikroskopie (SEM).....	12
2.2.1 Princip SEM	12
2.2.2 Typy signálů v elektronové mikroskopii.....	14
2.2.3 Zobrazení sekundárními elektrony	15
2.2.4 Zobrazení zpětně odraženými elektrony (BSE)	16
2.2.5 Využití RTG analýzy	17
2.2.6 Příprava vzorku	19
2.3 Chemická analýza	20
2.3.1 Analýza chemického složení v celém objemu tělesa	20
2.3.2 Mikrochemická analýza	21
3 Klasifikace lomů v ocelových tělesech	22
3.1 Dělení lomů podle energetického kritéria.....	22
3.2 Štěpný lom	24
3.3 Tvárný lom.....	26
3.4 Kvazištěpný lom	27
4 Kvalitativní fraktografie	28
4.1 Morfologické a fraktografické znaky	28
4.2 Únavové porušení	29
4.3 Porušení creepem	31
4.4 Korozní praskání pod napětím	33
4.5 Vodíková křehkost	35
4.5.1 Vodíkové pasti.....	36

4.5.2	Morfologické znaky vodíkového zkřehnutí	36
5	Využití fraktografické analýzy v praxi – Příčiny porušení ozubeného kola	39
5.1	Úvod k řešenému problému	39
5.2	Charakteristika studovaného vzorku	40
5.3	Fraktografická analýza	41
5.3.1	Výstup EDS analýzy	47
5.4	Metalografická analýza	49
5.5	Měření mikrotvrdosti cementované vrstvy	53
5.6	Shrnutí výsledků a diskuze	54
	Závěr	56
	Seznam zkratk a použitých symbolů	57
	Seznam použité literatury	59

ÚVOD

Fraktografie, jakožto věda zabývající se studiem lomové plochy, má nenahraditelnou roli v technické praxi. Cílem fraktografické analýzy je určení, zdali se jedná o tvárný, nebo štěpný lom, dále zjištění místa, odkud se lom šířil, a určení jeho příčiny. Fraktografická analýza je komplexní záležitost a pro vyvození správného závěru a určení příčiny lomu tělesa je nutné zkoumat nejen lomovou plochu, ale zároveň být seznámen se způsobem zatěžování tělesa, s jeho konstrukcí a v neposlední řadě využít možnosti různých analytických metod a získat o materiálu co možná nejvíce informací [1, 2].

Poznatky získané studiem lomu jsou nápomocné při predikci životnosti součástí a pomáhají předcházet nebezpečným haváriím, reklamacím a předčasným vyřazováním součástí z provozu. Fraktografie nachází významné uplatnění především v automobilovém průmyslu, v dopravním strojírenství, v energetice, ve stavitelství a v mnoha dalších odvětvích [1].

V současnosti nejvýznamnější a nejpokročilejší metodou výzkumu lomových ploch je bezesporu rastrovací elektronová mikroskopie (SEM), která umožňuje zkoumat povrch lomu v měříku, na které již světelná mikroskopie a metalografie nestačí. Jedná se o neinvazivní metodu, která poskytuje informace o topografii, chemickém a fázovém složení zkoumaného vzorku bez nutnosti složité přípravy [3, 4].

1 HISTORICKÝ VÝVOJ FRAKTOGRAFICKÉ ANALÝZY

Povrchy lomů byly studovány již před dobou bronzovou, kdy výroba kamenných nástrojů vyžadovala určitý stupeň dovedností a znalostí. V době bronzové byly pomocí lomu zkoumány vztahy mezi technologií výroby, následným zpracováním bronzových odlitků a jejich vlastnostmi.

Ve spisu De La Pirotechnia z roku 1540 popisuje autor Vannocio Birringucio vzhled lomu jako parametr pro zajištění kvality železných i neželezných slitin. Takto bylo například zjištěno, že znečištění olovem způsobuje křehkost bronzových slitin a stříbra [5].

V roce 1722 publikoval Réaumur studii lomů slitin železa, přičemž definoval a ilustroval sedm základních typů lomu (Tab. 1) [5].

Tab. 1 – Typy lomů slitin železa dle Réaumura [5]

Typ I	velké neuspořádané zrcadlovité fazety – nekvalitní kov
Typ II	menší a pravidelněji uspořádané fazety – lepší kvalita kovu
Typ III	částečně vláknitý lom s obsahem fazet
Typ IV	vláknitý lom se slabě lesklými fazetami
Typ V	rámová plocha s vláknitým jádrem
Typ VI	nezvyklý typ s několika málo fazetami na vláknitém pozadí
Typ VII	lom s dřevitým vzhledem

K rozmachu fraktografie došlo v 19. století po vynálezu mikroskopu. Od té doby byly zkoumány nejen povrchy lomů, ale i mikrostruktura, procesy tuhnutí a jejich vliv na kvalitu odlitků. V roce 1868 E. F. Dürre klasifikoval lomy z mikroskopického hlediska a ve své dizertační práci popsal celou řadu textur. Vlivem velikosti zrna se zabýval metalurg D. K. Černov a lomovým čarům se věnoval A. Martens. V roce 1940 publikoval C. A. Zapffe sérii prací, které se lomy zabývaly komplexně a zahrnovaly pozorování v makro i v mikroměřítku. Zabýval se rovněž studiem únavového porušení, včetně šíření postupových čar [6].

S objevem elektronové mikroskopie se fraktografie vyvinula do současné podoby. Díky mnohonásobně větší hloubce ostrosti a vysokému rozlišení SEM, rastrovacího elektronového mikroskopu (Obr. 1), je možné detailnější zkoumání lomových ploch a tím i přesnější určení příčin lomu. Na rozdíl od transmisní elektronové mikroskopie odpadá nutnost pořizování replik nebo otisků, a v současnosti je dokonce možné lámat tělesa přímo ve vakuové komoře mikroskopu [5].



Obr. 1 – Rastrovací elektronový mikroskop (SEM) od výrobce JEOL [6]

2 EXPERIMENTÁLNÍ METODY PRO HODNOCENÍ LOMŮ

2.1 MAKROFRAKTOGRAFICKÉ METODY

Všechny makrofraktografické metody jsou založeny na pozorování pouhým okem, popř. při malých zvětšeních. Makrofraktografickými metodami je hodnocen rozsah plastické deformace vzniknuvší při lomu, průběh lomové čáry, lesk povrchu a jeho členitost, existence vad atd. Na základě této analýzy je možné určit místo iniciace lomu, charakter lomu (křehký/houževnatý), způsob namáhání, který vedl k porušení, a přibližná velikost zrn [7].

Vzhled lomu ocelových těles napovídá o tepelném zpracování, které bylo během výroby uplatněno a v případě kalení lze určit i přibližnou kalící teplotu. Dále lze z lomové plochy určit tloušťka cementované, nitridované i jinak povrchově zpracované vrstvy [7].

V praxi je nutné se všemi částmi porušeného tělesa opatrně manipulovat, aby nedošlo k znehodnocení lomové plochy a tím i ke znehodnocení výsledků makrofraktografické analýzy. V první fázi zkoumání se lomová plocha nijak neupravuje, protože např. stopy oleje nebo barvy, přítomnost oxidů apod. mohou poukázat na trhliny vzniklé již při výrobě nebo na počátku provozu. Po důkladné prohlídce je vzorek čištěn chemicky, za použití rozpouštědel a dalších chemických činidel. Činidel existuje celá řada a při jejich aplikaci je nutné brát zřetel na chemickou odolnost vzorku a délku expozice tak, aby nebyl vzorek poškozen [1, 7].

Po očištění přichází na řadu detailnější zkoumání, nejprve pouhým okem a následně při postupném zvětšování lupou a optickým mikroskopem. Při každém zvětšení se pořizuje fotografická dokumentace, popř. schématické nákresy. Během fotografování je vhodné pracovat s různými úhly osvětlení, aby byla struktura lomu dobře viditelná. V případě lupy je užitečné zvětšení 5–10 násobné a při použití optického mikroskopu se používají zvětšení do 120x [1, 7].

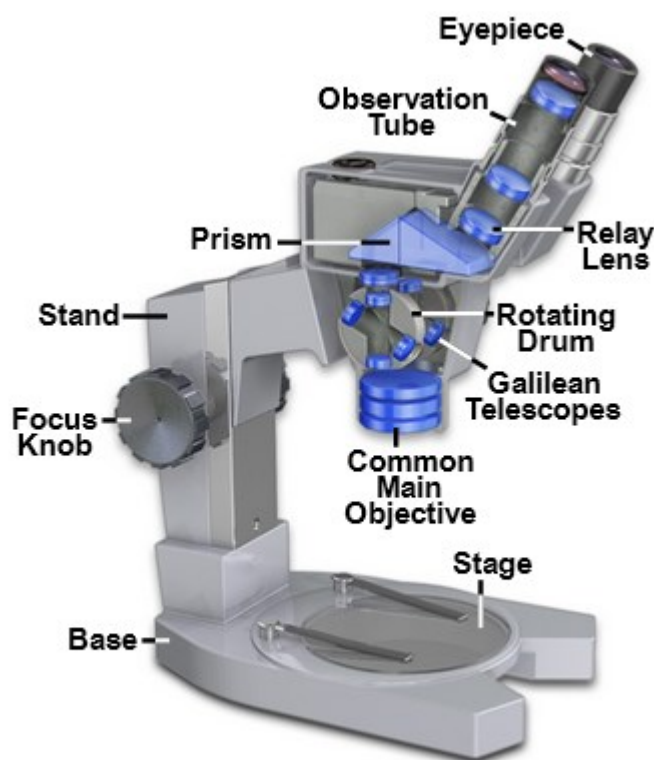
Pozornost je věnována především plastické deformaci v místě lomové plochy, která vypovídá o rychlosti šíření lomové trhliny. Dále jsou analyzovány chyby ve struktuře, jako jsou např. obnažené dendrity, velké nekovové vměstky, dutiny atd., které mohou působit jako iniciátory lomu. V případě únavových lomů je zjišťován především směr šíření únavové trhliny a podíl únavového porušení z celkové lomové plochy. U kalených, resp. povrchově zpracovaných těles je určována tloušťka prokalené či jinak upravené vrstvy [1].

2.1.1 OPTICKÁ STEREOMIKROSKOPIE

Optická stereomikroskopie doplňuje pozorování pomocí SEM. Jak již název napovídá, používaným analytickým nástrojem je zde optický stereomikroskop a výstupem je fotografie,

popř. video. V minulosti byly fotografie pořizovány na film, v současnosti se používají téměř výhradně digitální formáty fotografie a videa [8].

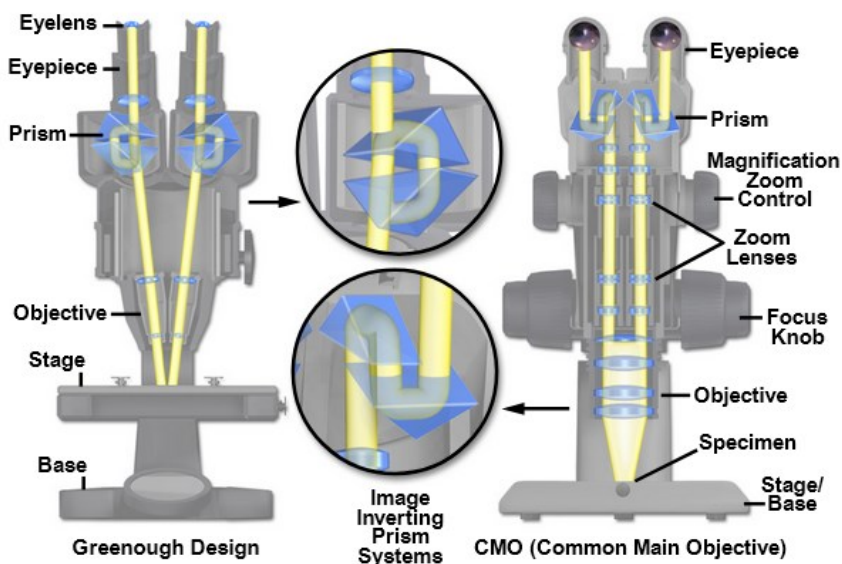
Prvními úspěšnými předchůdci dnešních stereomikroskopů byly přístroje sestavené v 90. letech 19. století americkým inženýrem Horatiem S. Greenoughem a sériově vyráběné přístroje od německé společnosti Carl Zeiss. Zvláště mikroskopy Carl Zeiss a typově podobné nástroje dalších výrobců se staly naprosto běžnou součástí laboratoří až do konce 50. let 20. století. V roce 1957 se na trhu objevily americké mikroskopy Cycloptic, které vynikaly lehkou hliníkovou konstrukcí a fixní pozorovací vzdáleností. Tyto mikroskopy byly navíc vybaveny osvětlením, stojanem a dalšími prvky (Obr. 2). Další vývoj mikroskopů vychází ze třech výše uvedených designů a jednotlivé typy se liší hlavně rozlišovací schopností, schopností zoomu bez výměny objektivů a dalšími funkcemi [9].



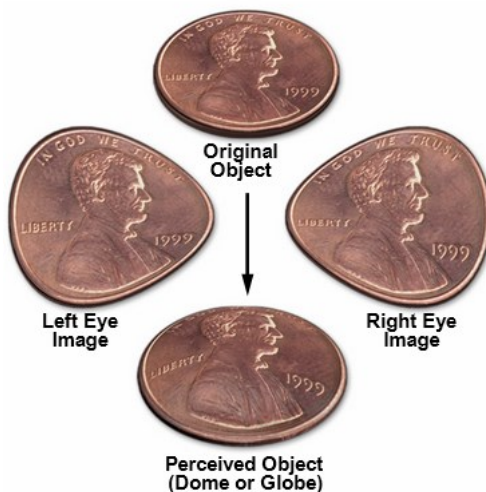
Obr.2 – Stereomikroskop od společnosti Cycloptic [9]

Dnes nejpoužívanější typ stereomikroskopu CMO (Common Main Objective) používá pro zvětšení jeden objektiv s masivní čočkou, která snímá obraz pro oba vznikající světelné paprsky. Tyto světelné paprsky jsou rovnoběžné, na rozdíl od Greenoughova typu (viz Obr. 3), a proto je možné je teoreticky vést až do nekonečna. Tato vlastnost umožňuje jednoduchou manipulaci s okuláry, jejich nahrazení a použití nástavců pro nahrávání videa, fotografování, úpravu výšky pozorování atd. Rovnoběžné paprsky je před vstupem do okulárů nutné invertovat

pomocí optických hranolů tak, aby vznikl vzpřímený, stranově nepřevrácený obraz. Úhel konvergence při pozorování lidským okem se pohybuje mezi 10–12°, což je rovněž úhel mezi okuláry. Vzorky jsou ovšem pod objektivem umístěny kolmo, a proto dochází u CMO mikroskopů ke zkreslení perspektivy a pozorovaná tělesa se jeví tlustší, než ve skutečnosti jsou (Obr. 4) [9].



Obr. 3 – Srovnání Greenoughova a CMO mikroskopu [9]

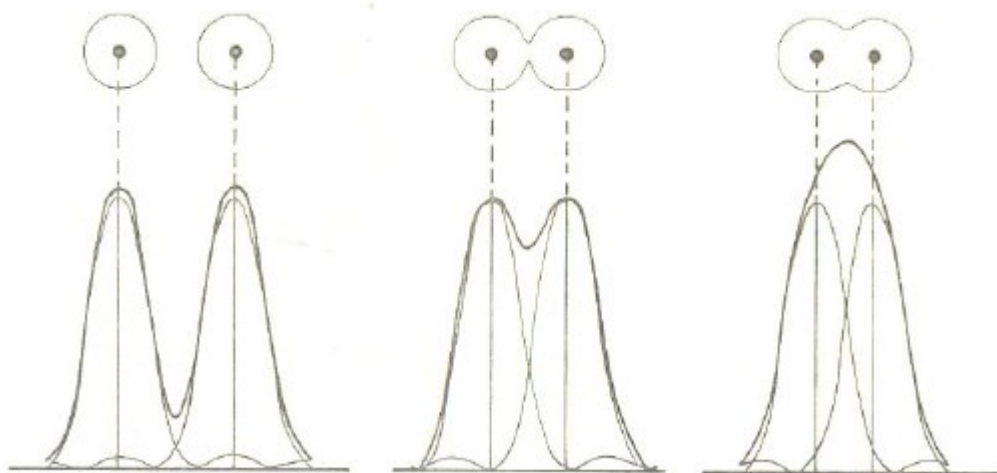


Obr. 4 – Zkreslení perspektivy u CMO mikroskopu [9]

Důležitým parametrem charakterizujícím pozorování světelným mikroskopem je hloubka ostrosti. Na nerovných površích vzorků jsou jednotlivé body pozorovaných objektů uspořádány do kroužků v rovině zobrazení. Aby byl obraz lidským okem vnímán jako ostrý, musí být průměr kroužku menší než 0,1 mm. Hloubku ostrosti je možné částečně zlepšit clonou, při níž

ale dochází ke ztmavnutí snímku. Hloubka ostrosti patří k hlavním limitujícím faktorům pozorování. U světelných mikroskopů není vysoká a s rostoucím zvětšením se snižuje [3].

Zásadním parametrem světelného mikroskopu je jeho rozlišovací schopnost, což je nejmenší vzdálenost dvou bodů, které mohou být od sebe rozlišeny. Na Obr. 5 je schematicky znázorněna distribuce intenzity světla kolem pozorovaných bodů [3].



Obr. 5 – distribuce intenzity světla kolem pozorovaných bodů – rozlišitelné vlevo, mezní stav uprostřed, nerozlišitelné vpravo [3]

Dle Abbeho vztahu (1) je možné zvýšit rozlišovací schopnost mikroskopu použitím světla o kratší vlnové délce (λ) nebo použitím prostředí s vyšším indexem lomu (μ), jako je např. objektiv s cedrovým olejem. Jmenovatel Abbeho vztahu ($\mu \sin \alpha$) se označuje jako numerická apertura A. Úhel α je polovina vrcholového úhlu kužele paprsků vstupujících do objektivu. Při pozorování v tmavém poli je možné rozlišitelnou vzdálenost d snížit a Abbeho vztah má podobu vyjádřenou rovnicí (2) [3].

$$d = \frac{\lambda}{\mu \sin \alpha} \quad (1)$$

$$d = \frac{\lambda}{2\mu \sin \alpha} \quad (2)$$

Pozorování optickým mikroskopem lze uskutečnit dvěma způsoby, a to pozorováním ve světlém poli a v tmavém poli. V prvním případě dopadají paprsky na vzorek kolmo k jeho povrchu nebo mírně zešikma s malým úhlem dopadu a odrážejí se zpět do objektivu. Rovné plochy na vzorku se budou jevit jako světlé a nerovnosti, které paprsek odrazí mimo objektiv, se zobrazí jako tmavé. Při pozorování v tmavém poli se využívá velkého úhlu dopadu, přičemž se na nerovnostech odráží paprsek do objektivu a na rovinných plochách mimo objektiv. Toto

zobrazení se využívá při zkoumání detailů, např. disperzí malých částic, které se budou pozorovateli jevit jako světlé útvary na tmavém pozadí [3].

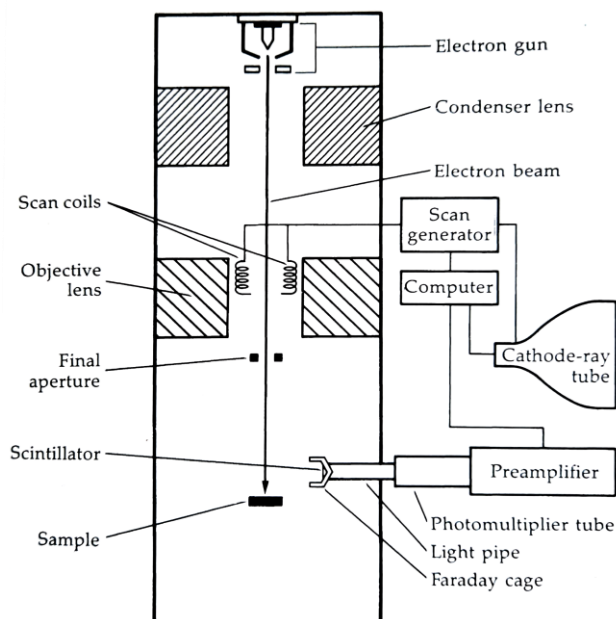
2.2 RASTROVACÍ ELEKTRONOVÁ MIKROSKOPIE (SEM)

SEM (Scanning Electron Microscopy) patří mezi mikrofraktografické metody a je nejuniverzálnější metodou zkoumání příčin lomu. Z Abbeho vztahu vyplývá, že jedním z limitujících faktorů pro zvyšování rozlišení světelných mikroskopů je vlnová délka světla, které optický mikroskop využívá pro osvětlení vzorku. Elektronová mikroskopie využívá pro zobrazování svazek urychlených elektronů, čímž dosahuje vlnových délek řádově v setinách až tisícinách nanometru v závislosti na urychlujícím napětí, a tím i rozlišení v řádu jednotek nanometrů. Snímky z SEM jsou charakteristické velkou hloubkou ostrosti a plastickým vzhledem [3, 4, 8].

Detekcí signálu odražených elektronů, sekundárních elektronů a rentgenového záření (RTG) je možné získat informace o topografii vzorku, lokálním chemickém složení, typu krystalových soustav, magnetických a elektrických vlastnostech nebo o luminiscenčních vlastnostech. Z těchto důvodů nachází SEM uplatnění v celé řadě vědeckých disciplín, nejen těch věnujících se materiálům, ale i v lékařství, v biologii, v analytické chemii a v mnoha dalších [3, 8].

2.2.1 PRINCIP SEM

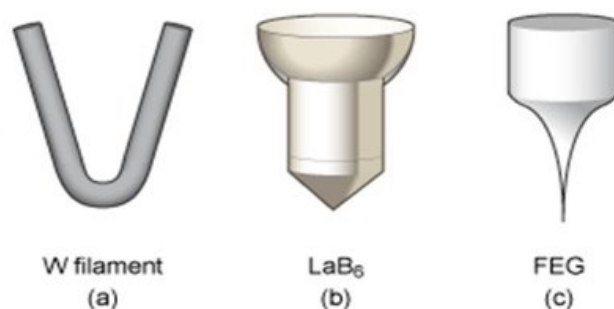
Na Obr. 6 se nachází jednoduché schéma rastrovacího elektronového mikroskopu. Elektronové dělo (electron gun) emituje paprsek elektronů, které jsou urychleny anodou, kondenzovány pomocí elektromagnetické (EM) kondenzační čočky (condenser lens) a EM objektivem (objective lens) zaostřeny do jednoho bodu. V objektivu se dále nachází soustava cívek (scan coils), napájených proměnlivým napětím ze zdroje (scan generator), které vytváří magnetické pole. Paprsek elektronů je tímto proměnlivým magnetickým polem vychylován podle určitého vzorce, který se nazývá rastr. Vzorek je podle rastru postupně skenován a v každém okamžiku jsou detekovány nejčastěji tři typy signálu vznikající při interakci elektronový svazek – vzorek [4, 10].



Obr. 6 – Schéma SEM [4]

Zdrojem elektronového svazku je elektronové dělo (Obr. 7). Rozlišujeme dva typy děl, a to termoemisní a autoemisní. Nejčastěji používané termoemisní dělo je tvořeno wolframovým vláknem tvarem připomínajícím vlásenku, které funguje jako katoda. Vláknem je procházejícím proudem rozžhaveno natolik, že dojde k emisi elektronů, které jsou přitahovány a urychleny anodou umístěnou pod wolframovým vláknem. Soustava katoda-anoda je kryta ocelovým Wehneltovým válcem, který nese záporný náboj a usměrňuje elektrony směrem k anodě. Urychlující napětí SEM se pohybuje mezi 100–30000 V. Další typ termoemisního elektronového děla využívá pro emisi elektronů krystal LaB_6 upevněný mezi dráty wolframu nebo rhenia. Oproti wolframovému vlákně dosahuje lepšího výkonu, lepší fokusace elektronového svazku vůči anodě, nižší spotřeby elektrické energie a delší životnosti. Nevýhodou je vyšší cena, vysoké požadavky na čistotu vakua a dlouhá doba žhavení [4].

Autoemisní elektronové dělo (FEG) je wolframová katoda vytvarovaná do ostrého hrotu a naproti ní je silně kladně nabitá anoda. Silné elektrické pole indukované v okolí hrotu vytrhává elektrony z materiálu i za pokojových teplot a ze všech typů elektronových děl dosahuje nejvyšší životnosti, takřka neomezené, a nejmenšího průměru elektronového svazku [11].



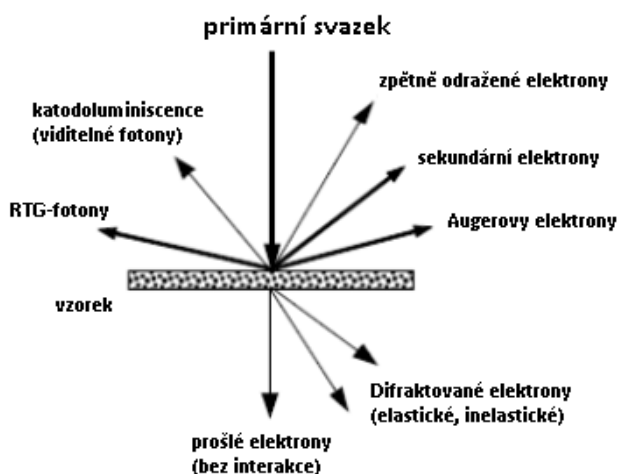
Obr. 7 – Typy elektronových děl [12]

Další součástí SEM je vakuová komora válcovitého tvaru, která udržuje dostatečné vakuum proto, aby nedocházelo k absorpci a rozptýlení elektronového svazku. Další funkcí je ochrana katody a vzorku před oxidací. Hodnoty tlaků ve vakuových komorách se dle zvolených elektronových děl a dalších parametrů pohybují mezi 10^{-4} a 10^{-7} Pa [4].

Součástí SEM musí být dále zdroj schopný generovat vysoké napětí, mechanické součásti manipulující s objektivou a se vzorkem a zobrazovací zařízení.

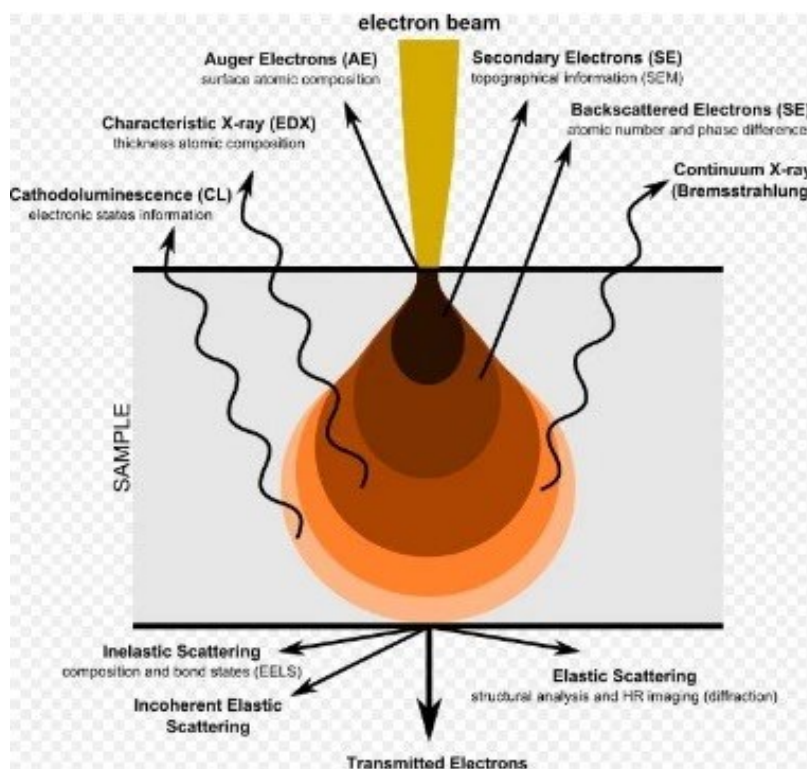
2.2.2 TYPY SIGNÁLŮ V ELEKTRONOVÉ MIKROSKOPII

Při dopadu elektronového svazku na povrch vzorku může dojít ke třem případům interakce. Je-li vzorek dostatečně tenký (řádově několik nm), dochází k průchodu elektronů vzorkem a tyto prošlé elektrony se využívají pro zobrazování transmisním elektronovým mikroskopem. Ztratí-li elektrony při průchodu vzorkem příliš velkou část své kinetické energie, dojde k absorpci elektronu a k uvolnění tepelné energie. V ostatních případech dochází k pružnému, nebo k nepružnému rozptylu. Na Obr. 8 jsou vyobrazeny možné typy interakcí elektronový svazek – vzorek [3].



Obr. 8 – Interakce elektronů s povrchem vzorku [13]

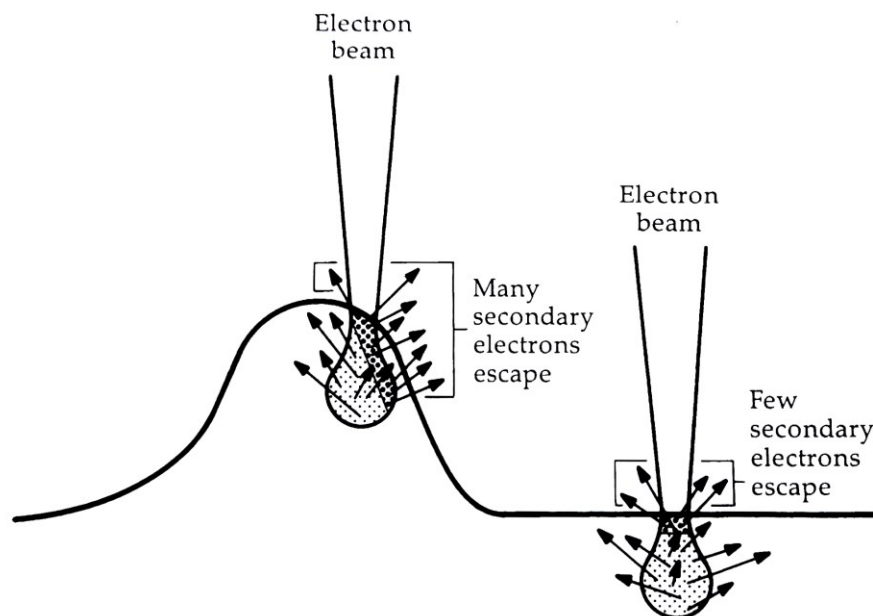
V SEM se pro zobrazování využívají tři typy signálů vznikajících rozptylem elektronového svazku, a to sekundární elektrony (SE), zpětně odražené elektrony (BSE) a RTG fotony. Na specializovaných zařízeních je možné detekovat rovněž Augerovy elektrony. Na Obr. 9 je schematicky znázorněna oblast, ze které se generují jednotlivé typy signálů [3].



Obr. 9 – Hloubka generace signálů v SEM [14]

2.2.3 ZOBRAZENÍ SEKUNDÁRNÍMI ELEKTRONY

Urychlené elektrony z elektronového svazku mohou za určitých podmínek vyrazit elektrony vzorku ze své valenční sféry do vodivostního pásu. Takto vyražené elektrony se dále mohou pohybovat vodivým materiálem, a mají-li dostatečnou energii, mohou materiál opustit. Takové elektrony se označují jako sekundární a dávají informaci především o topografii zkoumaného vzorku. Bylo zjištěno, že jsou generovány z hloubky maximálně okolo 5 nm z pod povrchu vzorku. S touto vlastností souvisí i fakt, že více elektronů je „úspěšně“ vyraženo ze vzorku v místech nerovností než z rovinných ploch, a proto se nerovnosti při zobrazení jeví světlejší (Obr. 10) [4, 15].



Obr. 10 – Vyzáření sekundárních elektronů z pod povrchu vzorku [4]

Jelikož je energie sekundárních elektronů poměrně nízká, do 10 eV, a jen velmi vzácně více než 50 eV, jsou snadno přitahovány na kladně nabitou Faradayovu klec, která je jednou ze součástí Everhart-Thornleyho detektoru. Po zachycení elektronů Faradayovou klecí jsou elektrony převedeny na scintilační čítač, který je urychlí a převede na světlo, a následně je takový signál zesílen ve fotonásobiči. Celkový obraz vzniká řádek po řádku, podle vzorce pohybu elektronového svazku. Současné SEM mikroskopy vytváří digitální obraz, na rozdíl od starých typů, které jej rastrovaly na mřížku pokrytou vrstvou fosforu. E-T detektor je umístěn na boční straně přístroje pod takovým úhlem, aby bylo zachyceno co nejvíce sekundárních elektronů. Zobrazení sekundárními elektrony je charakteristické velkou hloubkou ostrosti a rozlišením až 1 nm [3, 4, 14].

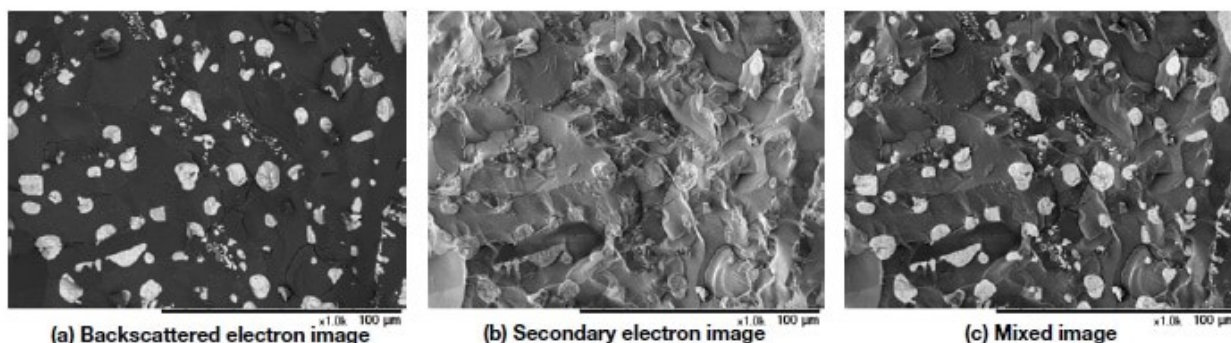
2.2.4 ZOBRAZENÍ ZPĚTNĚ ODRAŽENÝMI ELEKTRONY (BSE)

Elektrony označované jako zpětně odražené (BSE – Backscattered Electrons) vznikly pružným odrazem primárních elektronů při interakci se vzorkem. Při odrazu u nich dochází ke změně směru a k jen velmi malé ztrátě energie. Jejich energie je oproti sekundárním elektronům mnohonásobně vyšší, dosahují až 80% energie elektronů primárního svazku. Zpětně odražené elektrony jsou emitovány z hloubky až několika set nanometrů, a tudíž i z většího objemu vzorku než sekundární elektrony. Z tohoto důvodu dosahují v porovnání se sekundárními elektrony i menšího rozlišení, přibližně 15 nm [3, 4].

Zobrazení zpětně odraženými elektrony poskytuje tzv. materiálový kontrast. Koeficient odrazivosti je přímo úměrný rostoucímu střednímu protonovému číslu oblasti ve vzorku. Oblasti s vyšším středním protonovým číslem se při zobrazení jeví jako světlejší a u oblastí s nižším protonovým číslem je tomu naopak. Obraz vzniká na polovodičovém detektoru, který je umístěn nad vzorkem, a v případě určování materiálového kontrastu je signál z jednotlivých segmentů polovodičového detektoru sčítán. Určení materiálového kontrastu umožňuje například rozlišení jednotlivých fází na metalografickém výbrusu, lokalizování kovových prvků v biologických vzorcích atd. [3, 4]

Kromě materiálového kontrastu poskytuje BSE zobrazení i topografický kontrast, který je ovšem v horším rozlišení než v případě použití signálu sekundárních elektronů, nicméně zasahuje do větší hloubky pod povrchem vzorku [3].

Při pozorování dokonale vyleštěného homogenního vzorku je možné získat navíc i kanálový kontrast, který dává informaci o prostorové orientaci zrn ve vzorku. Odrazivost elektronů se mění podle orientace krystalových rovin vůči dopadajícímu elektronovému svazku, na základě čehož lze orientaci zrn odečíst. Na Obr. 11 je srovnání jednotlivých typů zobrazení SEM mikroskopu [3].



Obr. 11 – Zobrazení: a) zpětně odraženými elektrony, b) sekundárními elektrony a c) smíšené [16]

2.2.5 VYUŽITÍ RTG ANALÝZY

Při dopadu elektronového svazku na povrch vzorku vzniká kromě již zmiňovaných sekundárních elektronů i RTG záření.

RTG záření je elektromagnetické vlnění o energii řádově v desítkách až stovkách keV a o vlnové délce 10^{-8} až 10^{-12} m. Mechanismy vzniku RTG záření jsou dvojí, ionizace atomů a brzdný mechanismus [17].

Je-li elektron v elektrickém poli atomu silně zbrzděn a ztratí velkou část energie, pak dojde k emisi RTG fotonu o takové energii, kterou dopadající elektron ztratil. Frekvenční spektrum vyzářeného fotonu je spojitě a pro jeho frekvenci platí vztah (3). Přičemž ν je frekvence, ΔE je energetická ztráta dopadajícího elektronu a h Planckova konstanta ($6,626 \cdot 10^{-34}$ Js) [17].

$$\nu = \frac{\Delta E}{h} \quad (3)$$

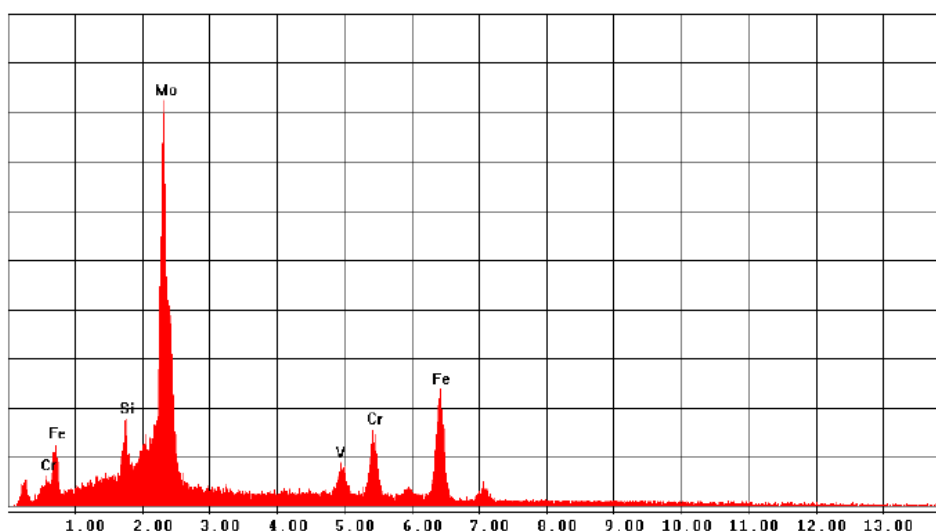
V druhém případě může mít primární svazek elektronů dopadající na povrch vzorku takovou energii, že vyrazí elektron z nižší energetické hladiny atomu vzorku a ten je okamžitě nahrazen elektronem z vyšší hladiny. Při tomto přechodu je vyzářena energie v celistvých násobcích energetického kvanta v podobě RTG záření. Energie, resp. vlnová délka záření, je závislá na chemickém složení v místě dopadu elektronového svazku. Pomocí nástrojů VDS (vlnově disperzní spektrometr) a EDS (energieově disperzní spektrometr) je možné vlnovou délku nebo energii záření detekovat a určit chemické složení vzorku [17].

2.2.5.1 VLNOVĚ DISPERZNÍ SPEKTROMETR

Funkční částí VDS jsou přemístitelné krystaly, které se v průběhu měření orientují tak, aby bylo do detektoru odraženo jen záření o určité vlnové délce. Signál do detektoru přichází ve formě RTG pulsů a je srovnáván s referenčním vzorkem o známém složení. Přesnost metody je řádově v setinách hm. % a metoda je aplikovatelná pro rozlišení prvků s protonovým číslem od 4 do 92. Omezením VDS analýzy je nutnost rovného, vyleštěného povrchu vzorku. Výstup z VDS analýzy (RTG mapa) je možné propojit s výstupy z BSE analýzy a s analýzou pomocí sekundárních elektronů, a získat tak komplexní obraz zkoumaného vzorku [3].

2.2.5.2 ENERGIOVĚ DISPERZNÍ SPEKTROMETR

Princip EDS je založený na fotoelektrickém jevu, při kterém dochází k emisi elektronů z polovodičového detektoru (Si(Li), Ge) při dopadu RTG záření, přičemž počet emitovaných fotoelektronů je přímo úměrný energii RTG záření. Emitované elektrony jsou dále elektronicky roztrženy do energetických kanálů a jsou jim graficky přiřazeny píky odpovídající charakteristické energii jednotlivých prvků. Na Obr. 12 je výstup z EDS analýzy pro karbid typu M_6C [3].



Obr. 12 – Výstup z EDS analýzy [3]

Výhodou je poměrně vysoká rychlost měření, možnost pracovat se slabým vstupním signálem díky umístění blízko elektronového svazku a možnost zkoumat i nerovné povrchy. Nevýhodou je nižší rozlišovací schopnost a mez detekce ve srovnání s VDS [3].

2.2.6 PŘÍPRAVA VZORKU

Před samotným pozorováním pomocí SEM je nutné brát zřetel na některé žádoucí parametry vzorku. Při pozorování standardním SEM by mělo být dbáno na nulový obsah těkavých složek ve vzorku. Vlhkost a jiné vypařující se látky mohou měření znemožnit a kontaminovat vakuovou komoru. Tento problém je nicméně v současnosti částečně eliminován ESEM (Environmental SEM) a LV (Low Vacuum) mikroskopy, které pracují s nízkým vakuem a umožňují pozorovat biologické preparáty s určitým podílem vlhkosti. Další podmínkou je kvalitní upevnění vzorku a poslední podmínka je zabezpečení elektrické vodivosti vzorku. I tuto podmínku ESEM a LV mikroskopy eliminují [4].

Pozorování lomových ploch kovových materiálů nevyžaduje složitou přípravu. Přílišná manipulace se vzorky před pozorováním je spíše nežádoucí a může vést ke znehodnocení lomové plochy. Vzorky se zpravidla čistí v odpovídajícím činidle (nejčastěji aceton) v ultrazvukové čističce a následně se vysoušejí [4].

Některé vzorky je vhodné v komoře SEM důkladně upevnit. Pro upevnění se používá hliníkový stojánek, ke kterému se vzorek pomocí lepidla nebo speciální pásky připevní. Lepidla musí být dostatečně viskózní, aby nebyla vzorkem absorbována, a zároveň by měla dostatečně rychle vysychat a zároveň odolat působení elektronového paprsku. V ideálním případě by měla být vodivá. Lepicí pásky jsou vhodné spíše pro upevnění velmi malých částic. [4]

Co se týká elektrické vodivosti, tuto podmínku splňují kovy a polokovy. Při pozorování vodivých vzorků, zvláště těch upevněných v nevodivém lepidle, je nutné dbát na jejich uzemnění, aby nedocházelo k jejich nabíjení, a tím ke zhoršení kvality zobrazování v SEM [4].

Na nevodivé vzorky je naprašována tenká vrstva zlata v zařízení, které pracuje na principu „rozbíjení“ zlaté katody ionty argonu v magnetickém poli. Atomy zlata vyražené ze struktury katody dopadají na povrch vzorku a vytvoří přibližně 10–30 nm tlustou vodivou vrstvičku. Je-li na vzorku prováděna navíc EDS analýza, jako vhodnější materiál pro pokrytí nevodivých vzorků se jeví grafit [4].

ESEM a LV mikroskopy využívají systém clon, oddělující oblast vzorku a elektronově-optickou část vakuové komory. Díky tomu je možné pozorovat vzorky pod vyšším atmosférickým tlakem a zabránit výparu složek vzorku. Zároveň není nutné vzorky zvodivit, protože ionizované částice plynu vznikající interakcemi s elektronovým svazkem mají tendenci být přitahovány k povrchu vzorku, kde se hromadí záporný náboj. Celkový náboj se vyruší. ESEM a LV mikroskopy využívají ESD detektor, který detekuje ionizované částice plynu, a tím kompenzuje zhoršení rozlišení v důsledku rozptýlení elektronového svazku v nedokonalém vakuu [3].

2.3 CHEMICKÁ ANALÝZA

Existují v zásadě dva typy chemické analýzy, které se při studiu lomů používají. Prvním z nich je analýza chemického složení v celém objemu tělesa a druhý se nazývá mikrochemická analýza. Tyto metody slouží k určení typu slitiny, která byla použita pro výrobu porušeného tělesa, a v případě, že je slitina kontaminována nečistotami, popisují jejich složení a možný vliv na porušení tělesa [8].

2.3.1 ANALÝZA CHEMICKÉHO SLOŽENÍ V CELÉM OBJEMU TĚLESA

Před samotnou analýzou je vhodné o materiálu získat co nejvíce informací. Vhodné je například určení alespoň převládajícího slitinového prvku, způsobu tepelného zpracování, nebo zda-li bylo těleso tvářeno či odléváno. Na základě těchto vstupních informací je navržena příprava vzorků včetně jejich velikosti a nástrojů, kterými budou opracovány.

Jednou z metod je tzv. „ekonomická metoda“, která spočívá ve spektrometrické analýze metalografického výbrusu. Největší výhodou je rychlost provedení a jednoduchost přípravy vzorku, přičemž není nutné vzorek nikterak chemicky ani výrazně mechanicky předupravovat. Nevýhodou této metody je náchylnost k chybám měření v případě, že je analyzován materiál nehomogenního složení, obsahující segregované fáze v určitých oblastech ve struktuře kovu.

Dalším úskalím může být znečištění vzorku během broušení (například zirkoniem), které může být chybně detekováno jako součást materiálu, nebo úplné propálení vzorku nedostatečné tloušťky.

Jestliže není „ekonomická metoda dostačující“, přichází na řadu soubor metod, které by se daly volně přeložit jako *přesné metody* (z Angličtiny „referee methods“). Na rozdíl od „ekonomické metody“, která pracuje jen s vybroušeným povrchem vzorku, přesné metody zkoumají vzorek v celém svém objemu. Běžně používanou metodou je spektroskopie roztoku kovu o známé koncentraci, který je prosvěcován světelným paprskem. Určité prvky mají schopnost absorbovat konkrétní vlnové délky světla a ty zbývající jsou zachyceny detektorem. Roztok kovu využívá i plazmový spektrometr, který využívá jevu, při kterém jednotlivé prvky rozptýleného roztoku, zahřátého na teplotu plazmy, emitují světlo o charakteristické vlnové délce. Velkou nevýhodou těchto metod je vysoká korozivzdornost některých slitin, jež znemožňuje přípravu roztoků [8].

2.3.2 MIKROCHEMICKÁ ANALÝZA

Mikrochemická analýza spočívá v analýze chemického složení v malém objemu vzorku. Může být užitečná při identifikaci vměstků, nečistot nebo samostatných fází z metalografického výbrusu či z lomových ploch. Při mikrochemické analýze se využívají možnosti SEM, a to zobrazení zpětně odraženými elektrony, VDS a EDS analýza. Výše uvedené metody byly podrobně popsány v kapitole 2.2.5 [8].

3 KLASIFIKACE LOMŮ V OCELOVÝCH TĚLESECH

Existuje několik způsobů, podle kterých lze lomy rozdělit do určitých kategorií na základě jejich charakteristických mikroskopických a makroskopických znaků, na základě energetického kritéria, nebo podle způsobu namáhání. Na lomových plochách lze dále pozorovat např. stopu lomu nebo další morfologické znaky, pomocí kterých se mohou lomy dále dělit do dílčích podskupin (Tab. 2) [1, 5].

Tab. 2 – Dělení lomů [1, 5, 18]

Dělení podle energetického kritéria a rozsahu plastické deformace	Křehký
	Houževnatý
Dělení podle způsobu šíření trhliny	Stabilní
	Nestabilní
Dělení podle způsobu namáhání	Silový
	Únavový
	Creepový
	Způsobený korozí
	Způsobený vodíkovou křehkostí
Podle mikromechanismu porušování	Tvárný
	Štěpný
	Kvazištěpný
Podle stopy lomu	Interkrystalický
	Transkrystalický

3.1 DĚLENÍ LOMŮ PODLE ENERGETICKÉHO KRITÉRIA

Z energetického hlediska lze lomy dělit na vysokoenergetické a nízkoenergetické. Vysokoenergetické lomy bývají zpravidla ty houževnaté a nízkoenergetické lomy zase ty křehké. Toto dělení nemusí ale platit stoprocentně, protože lomy některých typů ocelí, zvláště pak martenzitických a bainitických, mohou být vysokoenergetické, ale zároveň vzhled lomové plochy je typicky křehký. Na základě makroskopického pozorování lomu se dá zjednodušeně říci, že houževnatému lomu předchází značná plastická deformace, a křehkému lomu naopak nevýrazná, lokalizovaná takřka pouze na čele trhliny [5, 18].

Jednou z možností, jak dělit lomy na houževnaté a křehké, je na základě energetické koncepce formulované Griffithem v roce 1920, která definuje kritickou délku trhliny, resp. kritické napětí, nad kterým dochází k nestabilnímu šíření trhliny. Griffithova teorie se aplikuje zvláště v případě, kdy dochází k porušení materiálu tvárným mechanismem, ale není zřejmé, zdali se jedná o křehké nebo houževnaté porušení. Kromě samotného rozdělení materiálů, resp. lomů na křehké a houževnaté umožňuje tato koncepce popsat a predikovat chování trhliny v materiálu, čehož se využívá v technické praxi [5, 18].

Rovnice (4) a (5) vyjadřují kritickou délku trhliny a_k a kritické napětí σ_k .

$$a_k = \frac{2\gamma E}{\pi\sigma^2} \quad (4)$$

$$\sigma_k = \sqrt{\frac{2\gamma E}{\pi a}} \quad (5)$$

γ ... povrchová energie materiálu [Jm^{-2}]

E ... modul pružnosti v tahu [GPa]

Pohybuje-li se hodnota povrchové energie materiálu γ v rozmezí $1\text{--}10 \text{ Jm}^{-2}$, pak lze hovořit o nízkoenergetickém (křehkém) lomu a v případě, že je tato hodnota rovna $10^3\text{--}10^4 \text{ Jm}^{-2}$, pak se jedná o lom houževnatý [18].

Mezi intervaly hodnot povrchové energie γ , u kterých se dá jednoznačně určit typ lomu, je poměrně široké rozmezí hodnot, které odpovídá lomům kvazi-křehkým nebo lomům s částečnou plastickou deformací. Proto byla Griffithova teorie rozšířena o koncepci hnací síly trhliny a odporu vůči šíření trhliny (6, 7).

$$G = -\frac{dWc}{da} \quad (6)$$

$$Wc = We + Wp \quad (7)$$

Wc ... celková mechanická energie

We ... elastická energie

Wp ... potenciální energie vnějších sil

a ... šířka trhliny

Pro čelo trhliny v oblasti rovinné napjatosti platí vztahy (8, 9).

$$G = \frac{K_I^2}{E} \quad (8)$$

$$K_I = \sigma\sqrt{\pi a \cdot f} \quad (9)$$

K_I ... faktor intenzity napětí pro tahové zatížení

f ... tvarová funkce zatíženého tělesa

Kritická hodnota faktoru intenzity napětí pro vznik nestabilního lomu K_{IC} se také označuje jako lomová houževnatost a umožňuje materiály dělit na křehké a houževnaté. S klesající hodnotou K_{IC} klesá houževnatost materiálu. Je-li $K_I > K_{IC}$, pak dochází k lomu. V opačném případě ne [18].

Odpor vůči šíření trhliny R je roven hnací síle trhliny G a je definován jako změna povrchové energie ke změně délky trhliny. Hodnota hnací síly trhliny, resp. odporu vůči šíření trhliny, rozhoduje o stabilitě a nestabilitě trhliny. Pokud je nutné energii dodávat z vnějšku, jedná se o stabilní lom, v opačném případě o lom nestabilní [5, 18].

3.2 ŠTĚPNÝ LOM

Ke křehkému štěpení dochází nejčastěji podél krystalografické roviny s nízkou sumou Millerových indexů (např. rovina $\{100\}$ v KPC) a dá se simulovat pomocí ostrého klínu tlačенého mezi vrstvy atomů. Šíření trhliny je velice rychlé a nestabilní [7].

Svou roli při iniciaci a šíření trhliny hraje plastická zóna, která má schopnost absorbovat energii trhliny a snižovat koncentrace napětí na čele trhliny. U štěpných lomů se plastické zóny sice vyskytují, ale jejich poloměr, a tedy i jejich schopnost eliminovat štěpné porušení, jsou takřka nulové. Rovnice (10) vyjadřuje vztah mezi kritickým napětím na mezi kluzu R_p , faktorem intenzity napětí K_I a poloměrem plastické zóny r_p pro stav rovinné napjatosti. Z rovnice (10) vyplývá, že s klesajícím poloměrem plastické zóny r_p roste napětí na mezi kluzu a mechanismus poškození bude štěpný [7, 18].

$$R_p = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r_p}} \quad (10)$$

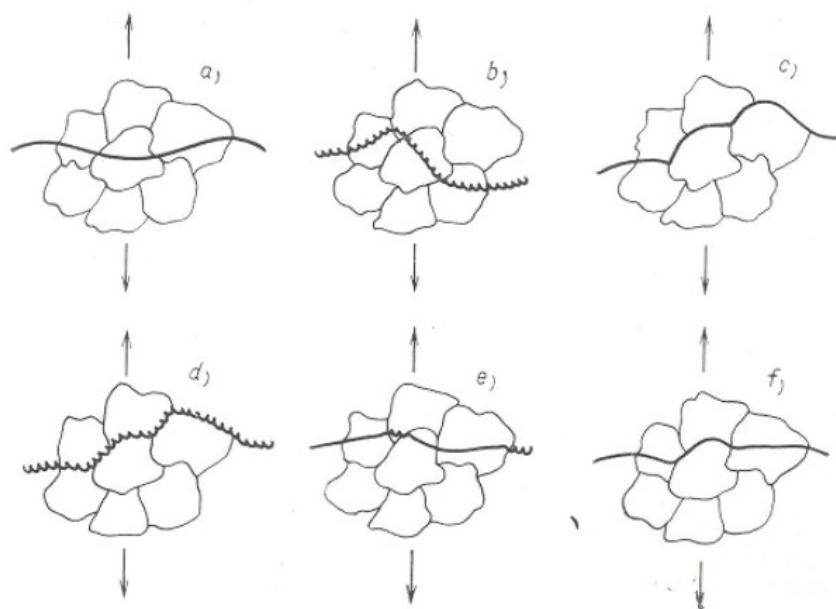
Povrch štěpného lomu je lesklý a bez výrazných plastických deformací. Štěpným mechanismem může nastat interkrystalický i transkrystalický lom a pravděpodobnost vzniku štěpného lomu roste s klesající teplotou [19].

Transkrystalický křehký lom je charakteristický hladkou lomovou plochou s vysokou světelnou odrazivostí. Při větším zvětšení lze pozorovat různou orientaci nových povrchů (fazet), vzniknuvších z rozštěpených, různě vůči sobě orientovaných původních zrn. Jakmile postupující trhlina rozštěpí zrno a narazí na druhé, dojde k opětovné iniciaci trhliny, která se projeví tzv. „říčkováním“. Rozvětvená trhlina, připomínající proud řeky, se dále větví nebo spojuje, pakliže narazí na další trhlínu [8, 19].

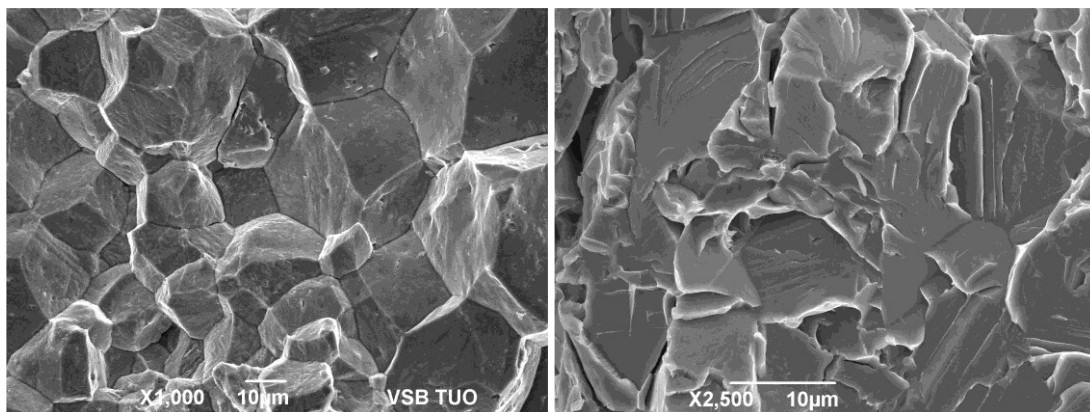
Interkrystalický křehký lom nastává v případě, kdy jsou hranice zrn oslabeny a energie potřebná k rozdělení materiálu podél hranic zrn je nižší než energie potřebná k rozštěpení zrna. Příčin oslabení hranic zrn je celá řada, jednou z nich je precipitace sekundárních fází na hranicích zrn, dále segregace škodlivých prvků na hranicích zrn, jako jsou kyslík, fosfor, selen, arsen nebo síra, která tvoří ve formě sirníků FeS nebo MnS dekorace zrn v ocelích, a tím snižuje jejich soudržnost. Dalším faktorem může být interkrystalická korozí, která se projevuje např. u austenitických nerezavějících ocelí přednostní oxidací vysokochromových karbidů vyloučených na hranicích zrn [8, 20].

K interkrystalickému porušení materiálu dochází rovněž za zvýšených teplot mechanismem tečení. V tomto případě se však uplatňují spíše procesy mikrokoalescence dutin a lom se považuje za tvárný, nebo za kvazištěpný [8].

Na Obr. 13a jsou vyobrazeny typy porušení, a) transkrystalické křehké štěpení, b) transkrystalické tvárné porušení, c) interkrystalická křehká dekoheze zrn, d) interkrystalická tvárná dekoheze, e) transkrystalické smíšené porušení, f) smíšené křehké porušení transkrystalické a interkrystalické [21]. Na Obr. 13b je zobrazen příklad interkrystalického a transkrystalického křehkého porušení (zdokumentováno pomocí SEM).



Obr. 13a – Průběh trhlin vzhledem k hranicím zrn [21]



Obr. 13b – Interkrystalický (vlevo) a transkrystalický křehký lom

3.3 TVÁRNÝ LOM

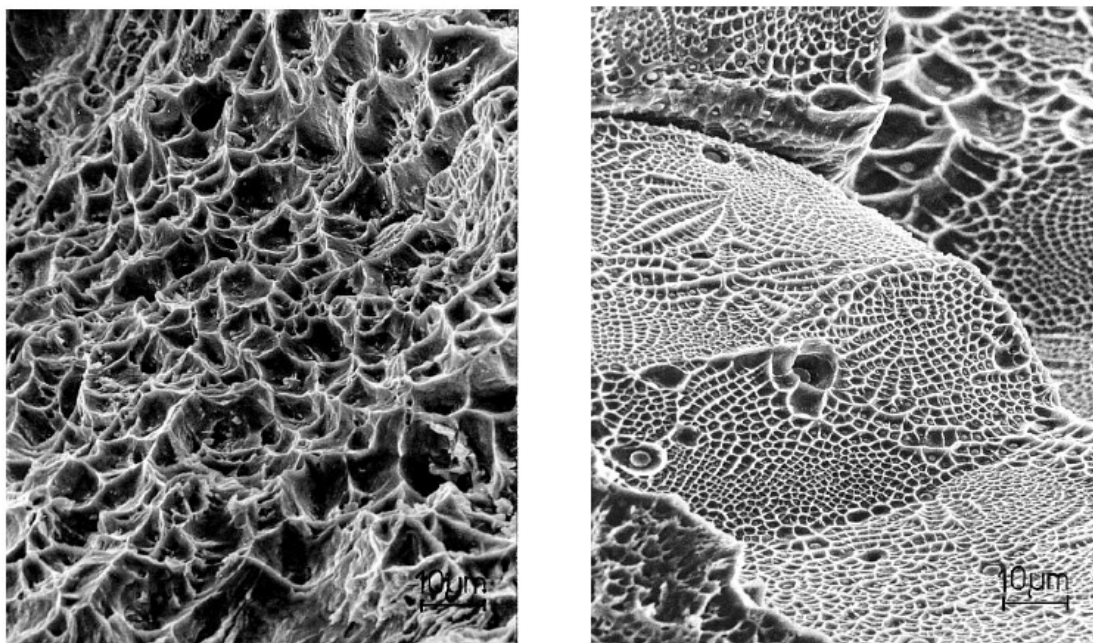
Mechanismy vzniku tvárného lomu jsou postupná iniciace, růst a koalescence mikrotrhlin. Pro vznik těchto trhlin je zapotřebí existence sekundárních fází v základní matici. Jelikož je houževnatost těchto částic zpravidla nižší než houževnatost základní matrice, dochází při plastické deformaci k významné ztrátě koherence s maticí a tyto částice z matrice vypadávají. Působením napětí mohou rovněž sekundární fáze (precipitáty, inkluze) praskat, a iniciovat tak vznik mikrotrhlin [19].

Růst a koalescence mikroporuch se na lomové ploše projevuje vznikem jamek, což je typický projev výrazné plastické deformace při porušení. Taková lomová plocha se z makroskopického hlediska jeví jako matná, s viditelnou vláknitou strukturou a viditelnou deformací v okolí lomu [7, 19].

Růst trhliny při tvárném lomu je pomalý a zpravidla transkrystalický (Obr. 14). Velikost jamek závisí na počtu iniciačních míst, přičemž platí, že čím více je iniciačních míst, tím mělkší jamky vznikají. Výjimkou ovšem není ani interkrystalický mechanismus tvárného porušení (Obr. 14) [5].

Při tahové zkoušce vznikají celkem čtyři základní typy tvárných lomů, a to bodový, smykový, křehký a dutinový. Dutinový lom, jako nejtypičtější tvárný lom, vzniká výše popsanými mechanismy a je charakteristický matným vzhledem lomové plochy s jamkami. Smykový lom má typickou kalíškovitou nebo kuželovitou morfologii, která vzniká zatěžováním na rovinách s velkým smykovým napětím pod úhlem 45°. Bodový lom je typický pro velmi plastické čisté kovy a je pro něj příznačná vysoká plastická deformace a téměř stoprocentní kontrakce průřezu. Pokud při tvárném lomu nedochází k téměř žádné plastické

deformaci, pak hovoříme o křehkém lomu, který nastává prakticky okamžitě po překročení meze kluzu [5].



Obr. 14 – Transkrystalický (vlevo) a interkrystalický tvárný lom [19]

3.4 KVAZIŠTĚPNÝ LOM

Kvazištěpné porušení je charakteristické pro oceli zušlechtěné kalením a popouštěním. Z hlediska mechanismu porušení vykazuje kvazištěpný lom znaky tvárného i štěpného porušení. Lom obsahující malé fazety je iniciován vměstky nebo částicemi precipitátu. Fazety jsou okrouhlé a ohnisko porušení poměrně malé [3].

Kvazištěpný lom je iniciován štěpným mechanismem, přičemž šíření trhliny probíhá transkrystalicky a stejnou měrou i tvárně. V oblasti ohniska porušení se mohou vyskytovat navíc interkrystalické fazety. Kvazištěpný lom může vzniknout během vodíkového zkřehnutí martenzitických ocelí [3].

4 KVALITATIVNÍ FRAKTOGRAFIE

Cílem kvalitativní fraktografie je zjištění typu lomu, místa a příčiny iniciace trhliny, popsat šíření trhliny a dolom tělesa. Získaná data se zpracovávají ve formě mapy poškození a vyvozuje se z nich závěr. Výstupem kvalitativní fraktografické analýzy je zpráva, která objasňuje příčiny a mechanismy porušení. V současné době se ve velké míře využívá rastrovací elektronová mikroskopie, která umožňuje zkoumat vzorky bez výrazné předcházející úpravy [21].

4.1 MORFOLOGICKÉ A FRAKTOGRAFICKÉ ZNAKY

Lom součásti je způsoben souhrou faktorů spadajících do tří základních skupin uvedených v Tab. 3 [3].

Tab. 3 – Morfologické a fraktografické znaky [3]

Strukturní stav	Typ krystalové mřížky, mikrostruktura, textura, vnitřní pnutí
Konstrukční návrh	Drsnost povrchu, stopy po obrábění, změny průřezu, hrany
Podmínky zatěžování	Statické, dynamické, tahové, tlakové, střih, krut, namáhání za zvýšených teplot a ve specifickém prostředí

Lomy lze popsat na základě souboru znaků, kterými mohou být:

- Místo iniciace lomu, orientace lomu vzhledem k průřezu tělesa a ke směru zatížení.
- Stupeň makrofraktografické deformace součásti.
- Topografie lomové plochy.
- Makroskopický vzhled lomové plochy – lesk, přítomnost čar a stupňů.
- Mikroskopický vzhled lomové plochy – fazety, jamky, striace a hranice zrn [3].

V Tab. 4 je uvedeno rozdělení lomů podle charakteristických strukturních znaků.

Tab. 4 – Rozdělení lomů na základě charakteristických strukturních znaků [5]

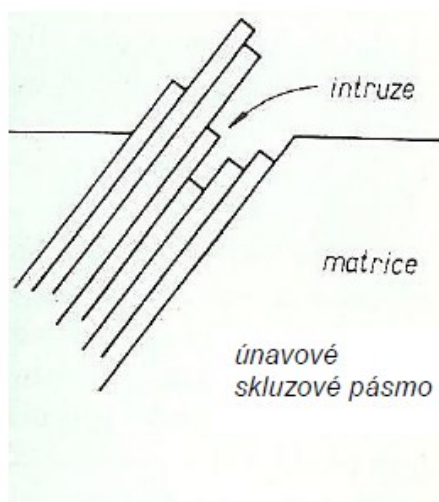
Krystalický	Lesklý, rovinný, bez zjevné plastické deformace. Vzniká transkrystalickým nebo interkrystalickým štěpením.
Matný houževnatý	Matný, s velkou plastickou deformací. Vzniká mechanismem tvárného interkrystalického porušení.
Hedvábný	Matný, vyskytuje se v jemnozrnných materiálech. Malá členitost.
Plošný	Vizuálně křehký, rovinný. Obsahuje velké ostře ohraničené fazety, vzniká štěpným nebo kvazištěpným mechanismem.
Lasturový	Matný, interkrystalický lom, obsahuje velká zrna a vyloučené částice sekundární fáze na hranicích primárních zrn. Vzniká nízkenergetickým jamkovým mechanismem.
Kamenitý	Matný, interkrystalický lom, obsahuje velká zrna a precipitáty na hranicích sekundárních austenitických zrn.
Mezidendritický	Matný interkrystalický s precipitáty na hranicích dendritických zrn.
Naftalínový	Transkrystalický křehký lom se specifickým leskem. Příčinou je hrubé zrno nebo opakované kalení bez odpovídajícího vyžhání.
Dřevitý, břidličnatý a vrstevnatý	Matný, řádkovitá textura vyvolaná řádkovitě uspořádanými inkluzemi ve tvářených ocelích.
Černý	Vzniká důsledkem natavení hranic zrn.
Smíšený	Kombinace různých mechanismů.

V následujících podkapitolách jsou popsány lomy rozdělené podle způsobu namáhání. Tvárný, štěpný a kvazištěpný lom byly podrobně popsány v předcházející kapitole.

4.2 ÚNAVOVÉ PORUŠENÍ

K únavovému lomu dochází během cyklického zatěžování. Zpravidla platí, že u zpevněných kovových materiálů dochází při cyklickém zatěžování ke změně dislokační struktury, což má za následek změkčení materiálu. U nezpevněných materiálů dochází naopak k cyklickému zpevnění [3, 18].

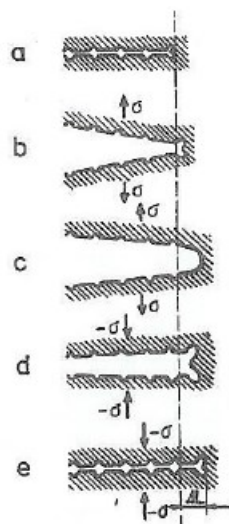
Iniciátorem vzniku únavové trhliny je koncentrátor napětí, který se většinou vyskytuje na povrchu materiálu. Může jím být např. konstrukční vrub, rýha po obrábění, nebo prohlubeň vzniklá korozí. U vysokopevných materiálů mohou mikrotrhliny vznikat rovněž na vměstcích a na precipitátech pod povrchem. Mechanismus iniciace únavové trhliny je zpravidla smykový, přičemž se části materiálů pohybují pod určitým úhlem vůči povrchu směrem dovnitř do struktury a ven, jak je to znázorněno na Obr. 15. Takto vzniklé důlky a výstupky z povrchu se nazývají intruze, resp. extruze [18].



Obr. 15 – Mechanismus iniciace únavových trhlin [18]

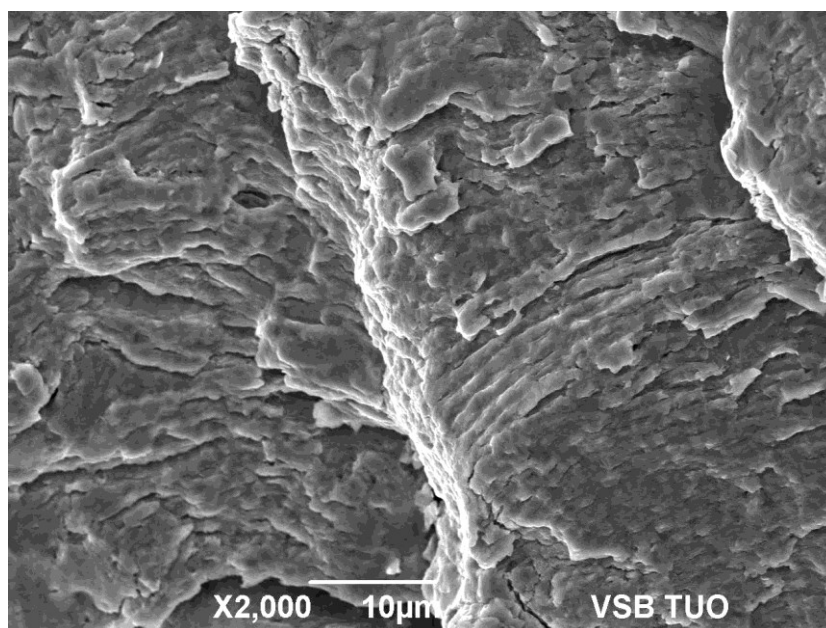
Intruze a extruze se stávají koncentrátoři napětí, postupně se prohlubují a generují mikrotrhliny. Mikrotrhliny se šíří podél skluzových rovin a kumulují se na hranicích zrn. Některé trhliny mohou hranice zrn překonat a následně změnit směr svého šíření na směr kolmý k vektoru hlavního napětí. Od tohoto momentu dochází k cyklické plastické deformaci [18].

Typický lom je plochý, někdy může obsahovat vměstky aj. defektů, které mohly způsobit iniciaci lomu. Nejtypičtějším znakem je striace, která vzniká otevíráním a zavíráním trhliny se vznikem žlábků (strií). Jedna strie odpovídá jednomu zatěžovacímu cyklu a změřením vzdálenosti mezi jednotlivými striemi lze určit rychlost šíření trhliny [3, 18]. Na Obr. 16 je vyobrazen princip striace a na Obr. 17 jsou zdokumentovány striace pozorované pomocí SEM.



Obr. 16 – Princip striace [18]

V technické praxi převládá vysokocyklová únava, tj. únava, při které je amplituda napětí při cyklickém zatížení nižší než mez kluzu materiálu. Konstrukční součásti nejsou nikdy navrhovány tak, aby docházelo k nízkocyklové únavě, resp. k překonávání meze kluzu při každém cyklu zatížení [18].

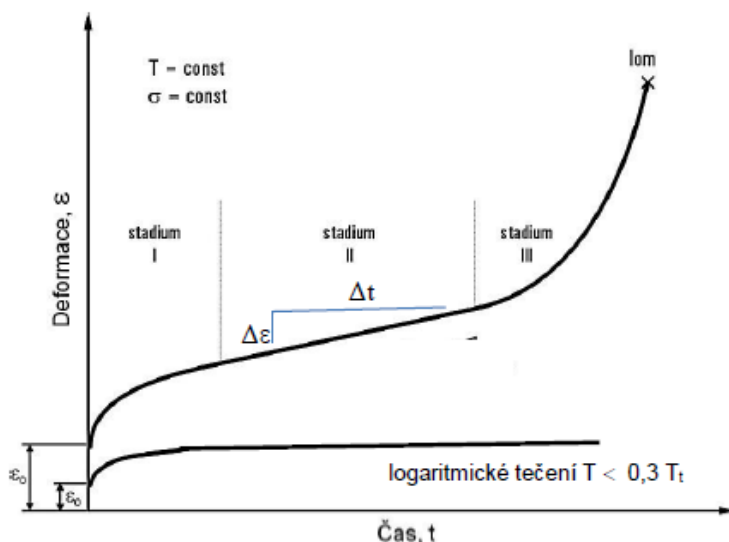


Obr. 17 – Striace

4.3 PORUŠENÍ CREEPEM

Za tečení neboli creep je považována pomalá plastická deformace vyvolaná působením statického zatížení a zvýšené teploty. Napětí, při kterém dochází k tečení, je menší než mez kluzu materiálu při dané teplotě. U kovových materiálů je možné pozorovat tečení ve dvou teplotních režimech. Prvním z nich je logaritmické tečení, při němž není překročena teplota

0,3 T_t (T_t = teplota tání). Při druhém režimu je teplota tečení přibližně 0,4 T_t (pro Ni až 0,8 T_t) a takové tečení se označuje jako vysokoteplotní. Průběh obou režimů tečení je znázorněn na Obr. 18 [3, 18].



Obr. 18 – Logaritmické a vysokoteplotní tečení [18]

Vysokoteplotní tečení se dále dělí na tři stádia, a to na primární (neustálené tečení), sekundární (ustálené tečení) a terciární (zrychlené tečení). Primární stádium je charakteristické převládajícím deformačním zpevněním, které vede ke snižování rychlosti tečení. V sekundárním stádiu již dochází k zotavení materiálu, které je v rovnováze s deformačním zpevněním. Rychlost tečení je konstantní a toto stádium trvá nejdelší dobu. V terciárním stádiu již jasně převládá proces zotavení a dochází ke strukturním změnám v materiálu. Postupně vznikají kavity, vnitřní trhliny a další defekty, přičemž rychlost tečení se zvyšuje až do lomu [3, 18].

Mechanismem creepového lomu je v případě vysoké rychlosti tečení transkrystalické porušování, které je velmi podobné tvárnému porušení za nízkých teplot. Na vměstcích nebo na precipitátech vznikají dutiny, které se spojují, a dojde ke ztrátě plastické stability. Při pomalém tečení dochází k mezikrystalovému lomu buď mechanismem kavitačního creepového porušení, nebo trhlinovým lomem iniciovaným v místě styku tří zrn (trojný bod). Nutnou podmínkou pro vznik mezikrystalového lomu je pokluz na hranicích zrn, při kterém dojde v prvním případě ke vzniku kavit a následným difuzním pohybem vakancí k čelu trhliny a v druhém případě koncentrací napětí na hranicích zrn. Oba mechanismy mezikrystalového porušení se mohou navzájem doplňovat a děje se tak zejména při trhlinovém lomu, kdy po iniciaci často dochází spíše ke kavitačnímu mechanismu šíření trhliny [3].

4.4 KOROZNÍ PRASKÁNÍ POD NAPĚTÍM

Ke koroznímu praskání pod napětím dochází při napětích, které zpravidla nedosahují meze kluzu v určitém typu korozního prostředí. Napětí může být způsobeno zatížením vnějšími silami nebo může být ve formě vnitřního pnutí po tváření za studena nebo po tepelném zpracování. Z energetického a z makroskopického hlediska jsou lomy indukované korozním poškozením vždy považovány za křehké, a to i u slitin, které vykazují při mechanických zkouškách vysokou houževnatost. V závislosti na typu slitiny se trhliny šíří interkrystalicky, transkrystalicky, nebo kombinovaně, a to ve směru kolmém na směr hlavního napětí. Charakteristické je výrazné větvení [8].

Na povrchu lomu jsou dobře viditelné ploché fazety a z povrchu lze dobře vyčíst oblast iniciace, šíření trhliny i dolomu. V oblasti dolomu je možné spatřit i drobné náznaky plastické deformace a korozní produkty, které ovšem mohly vzniknout až po přelomení tělesa. Použitím SEM lze určit, zdali se trhlina šířila interkrystalicky nebo transkrystalicky. Zatímco při interkrystalickém porušení jsou fazety ploché a na pohled hladké, při transkrystalickém porušení fazety obsahují na povrchu stopy (striaci) po štěpení podél skluzových rovin [8].

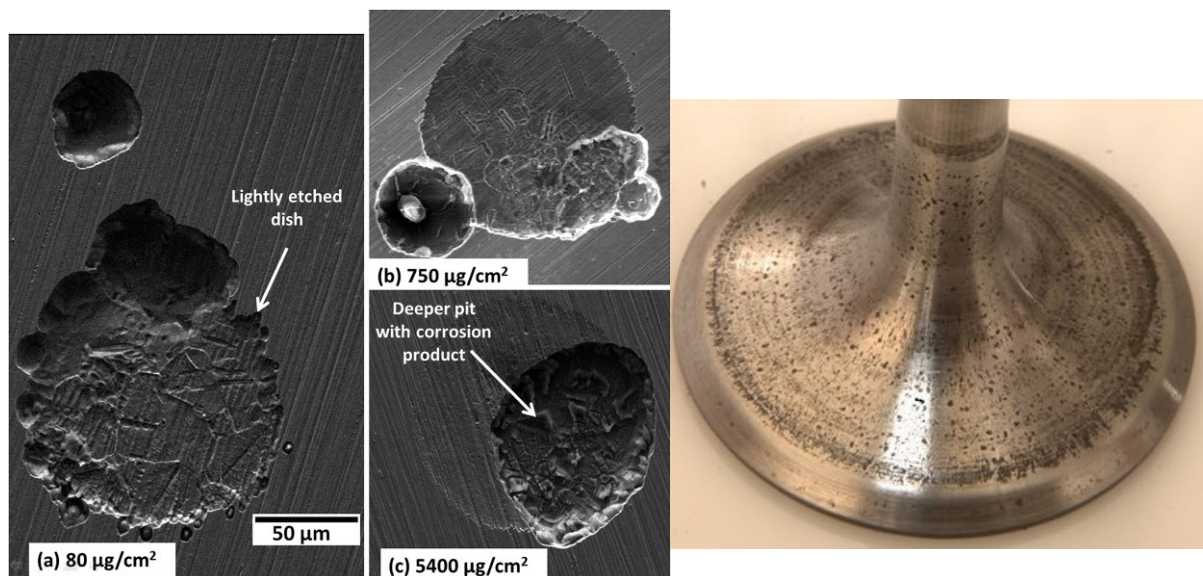
Iniciace korozního napadení materiálu může být dána lokálními změnami chemického složení materiálu, tloušťkou pasivační vrstvy, agresivitou korozního prostředí nebo koncentrátoři napětí, ke kterým se řadí hranice zrn, stopy po obrábění, již existující vady v materiálu nebo konstrukční nerovnosti na povrchu [8].

Druhem koroze, který je nejčastěji zodpovědný za korozní praskání pod napětím, je tzv. pitting (bodová koroze). Pitting je charakteristický vznikem důlků na povrchu materiálu, které mohou mít často menší průměr než hloubku. Narušují ochrannou pasivační vrstvu a jejich odhalení je z důvodu mnohdy nepatrného průměru obtížné. Významně snižují průřez tělesa a působí jako koncentrátoři napětí [18]. Na Obr. 19 je vyobrazen pitting v mikro a v makro měřítku.

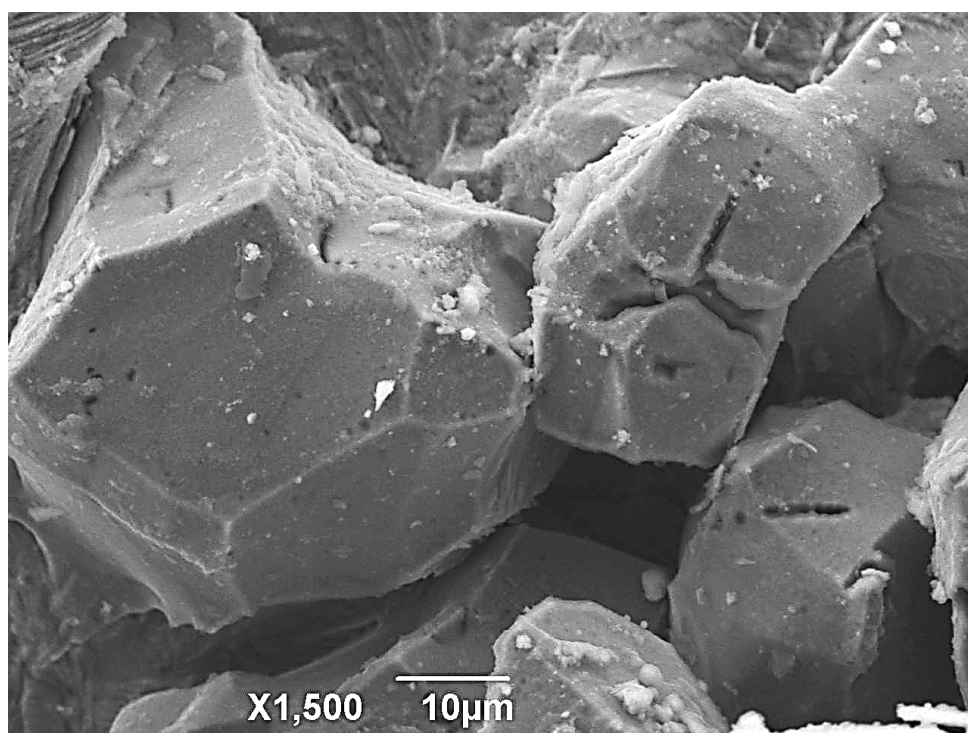
Podobný vliv jako pitting má i šterbinová koroze, která vzniká ve šterbinách konstrukce, na rozhraní fází nebo pod nánosy nečistot [18]. Porušení v důsledku šterbinové koroze je prezentováno na Obr. 20.

Hranice zrn fungují jako kanály zvýšené difuzivity, a navíc jako oblasti segregace nežádoucích prvků. Korozní prostředí může pronikat do struktury materiálu po hranicích zrn rychleji a prvky vyloučené na hranicích zrn selektivně napadat. Dochází k segregaci zrn a ztráty koheze matrice. Takový druh koroze se nazývá mezikrystalický. K selektivní korozi dochází

nejen na hranici zrn, ale také ve fázově nehomogenních materiálech, jejichž jednotlivé fáze mají rozdílnou odolnost vůči koroznímu prostředí [18].



Obr. 19 – Pitting nerezavějící oceli v mikro (vlevo) [22] a makro měřítku [23]



Obr. 20 – Interkrystalický lom – důsledek šěrbinové koroze

4.5 VODÍKOVÁ KŘEHKOST

Působení prostředí s přítomností vodíku má na konstrukční oceli, ale i na ostatní kovové materiály značné degradační účinky. Přítomnost vodíku v materiálu je nebezpečná již v množství odpovídajícímu jednotkám ppm. Vodíková křehkost se nejčastěji projevuje v zařízeních petrochemického průmyslu, kde jsou oceli ve styku se sulfanem obsaženým v ropě a v zemním plynu, dále ve svařovaných konstrukcích nebo v materiálech upravených galvanickým pokovením. Další rizikovou oblastí jsou rovněž zařízení pro syntézu čpavku, kyseliny fluorovodíkové a konstrukce chráněné protikorozi katodovou ochranou.

Pronikání vodíku do struktury materiálu může probíhat v zásadě ve dvou prostředích, a to v plynném a v kapalném. V případě pronikání vodíku v plynném prostředí probíhá děj adsorpce na povrchu materiálu, který je následovaný difúzí vodíku směrem do středu průřezu. Při adsorpci dochází k rozkladu vodíkové molekuly na atomární vodík, který je kovem absorbován a následně difunduje. Vodík je ve struktuře často obsažen v intersticiální poloze mřížky jako proton, ale nachází-li se v materiálu dostatečně velké dutiny, dochází k rekombinaci a vodík se zde vyskytuje ve formě molekuly H_2 .

Rozpustnost vodíku v oceli roste s rostoucím parciálním tlakem vodíku v atmosféře a s teplotou. Rostoucí teplotou je zároveň podporována rychlost difúze vodíkových atomů a endotermní reakce adsorpce vodíku na povrchu oceli.

Reakce vodíkového zkřehnutí probíhající v kapalném prostředí, nebo v prostředí s určitým procentem vlhkosti, mají elektrochemický charakter. Adsorbovaný vodík často vzniká redukcí oxoniového kationtu H_3O^+ a následně difunduje do oceli stejným způsobem jako v případě reakce v plynném prostředí. Efektivita vodíkového zkřehnutí v kapalném prostředí není vysoká. Největší část adsorbovaných vodíkových atomů rekombinuje již na povrchu kovu a vniklý molekulární vodík nemůže dále difundovat. Podobně jako v případě vodíkového zkřehnutí v plynném prostředí je efektivita reakce zvýšena stavem povrchu, zvýšenou teplotou, pH korozního prostředí, množstvím nečistot, a zvláště pak látkami zpomalujícími proces rekombinace, jako jsou CS_2 , KCN , H_2S nebo $KCSN$.

Samotná difúze vodíkových atomů ve struktuře oceli probíhá stejným způsobem jako difúze jiných intersticiálních atomů a řídí se Fickovými zákony. Rychlost difúze je při pokojové teplotě až několik mm za minutu [24].

4.5.1 VODÍKOVÉ PASTI

Výskyt vodíku ve struktuře oceli má lokální charakter. Místa se zvýšenou koncentrací vodíkových atomů jsou např. vodíkové pasti, které by se daly definovat jako místo ve struktuře, kde má vodík nejnižší potenciální energii. Z kinetického hlediska lze říct, že přeskok vodíku z intersticiální polohy do vodíkové pasti je snazší než přeskok v opačném směru [7].

Podle interakční energie vodík/past lze vodíkové pasti rozdělit na reverzibilní a irreverzibilní. V případě reverzibilní pasti není energetická bariéra příliš vysoká a vodíkový atom může bez dodání větší energie vodíkovou past opustit. V případě irreverzibilní pasti je energetická bariéra velmi vysoká a za konstantní teploty nemůže vodík přeskočit do jiné polohy. Některá literatura zde přiřazuje ještě jednu polohu a tou je intersticiální poloha mřížky, kde dochází k interakci mezi vodíkovým protonem a iontovým skeletem v uzlových polohách [24, 25].

Vodíkovými pastmi mohou být např. atomy legujících prvků, volné povrchy a několik atomárních vrstev bezprostředně pod povrchy, chyby krystalové mřížky, jako jsou vakance, dislokace, hranice zrn, fázová rozhraní precipitát/matrice, deformační pole okolo precipitátů, rozrání inkluze/matrice, póry a vnitřní trhliny [26].

4.5.2 MORFOLOGICKÉ ZNAKY VODÍKOVÉHO ZKŘEHNUTÍ

Iniciátor lomu leží téměř vždy pod povrchem tělesa, a to jak u materiálů s nízkou pevností, tak i u těch vytvrzených. Drobnou výjimkou mohou být vysokopevnostní materiály zatížené vysokým napětím obsahující konstrukční koncentrátory napětí, jako jsou ostré hrany apod. V tomto případě je pravděpodobné, že iniciátor lomu bude ležet těsně pod povrchem tělesa [8].

Trhlina způsobená vodíkovým zkřehnutím se vyskytuje často samostatně a většinou se nevětví. Charakteristické je střídání interkrystalického a transkrystalického šíření trhliny, přičemž mechanismus šíření je štěpný, popř. kvazištěpný [8].

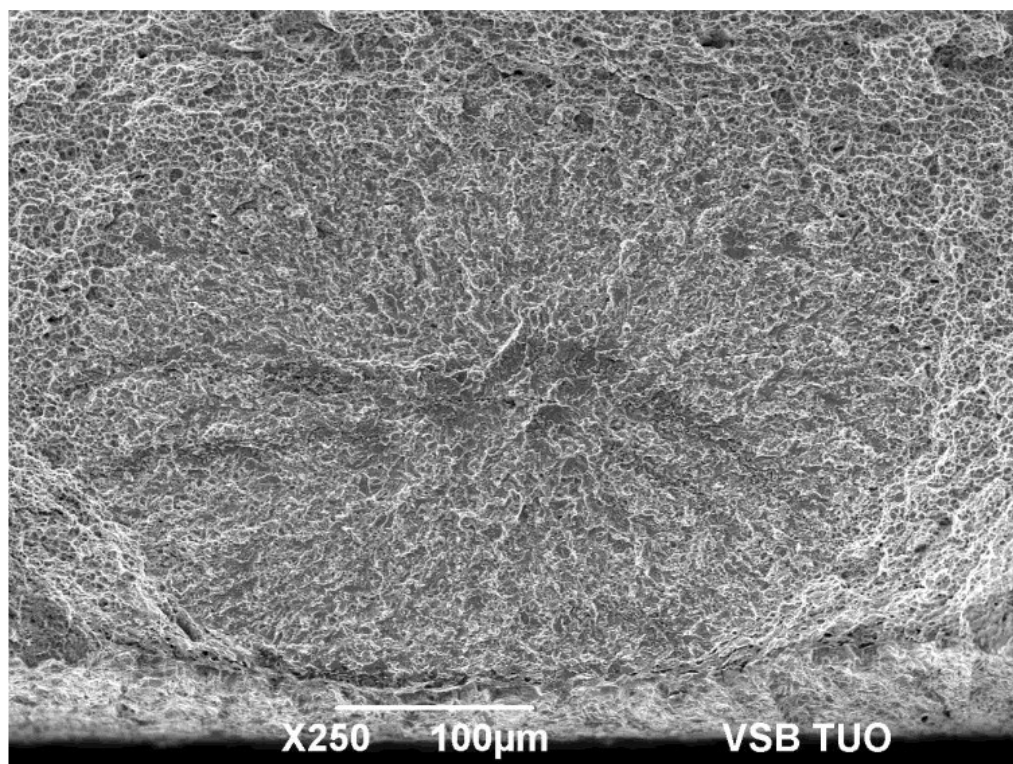
Typickým projevem vodíkového zkřehnutí jsou tzv. puchýře (Obr. 20), které vznikají rekombinací absorbovaných vodíkových atomů ve vodíkových pastech. Tvorba puchýřů je lokalizovaná a spjatá s určitými oblastmi ve struktuře, kterými mohou být inkluze, precipitáty nebo oblasti deformačně indukovaného martenzitu. Nejčastěji se vyskytují u ocelí vystavených koroznímu prostředí v petrochemickém a chemickém průmyslu [8].



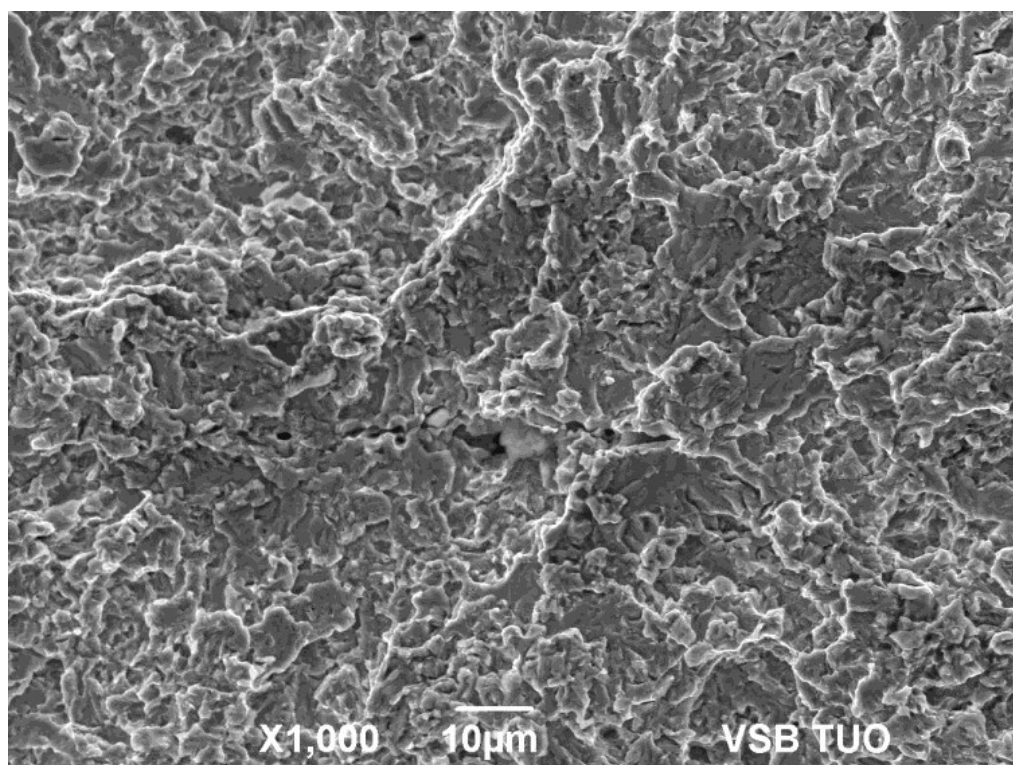
Obr. 20 – Vodíkem indukované puchýře [27]

Dalším morfologickým znakem jsou vločky, které se vyskytují pod povrchem velkých výkovků. Vločky vznikají během chlazení výkovku po kování důsledkem rekombinace vodíku. Ten se do kovu dostává prostřednictvím vzdušné vlhkosti reagující s horkým kovem a jeho rozpustnost klesá při fázové přeměně austenitu na ferit a zároveň s klesající teplotou [8].

Důležitým znakem je tzv. rybí oko (Obr. 21 a 22), které má podobu malého důlku, nejčastěji pozorovaného na lomové ploše kovaných těles po tahové zkoušce. Tělesa obsahující rybí oka mají ve struktuře často vysoký obsah vodíku a vykazují poměrně nízkou houževnatost. Uvnitř rybího oka lze často najít koncentrátoři napětí, jako jsou póry a nekovové vměstky. Náchylnost ke vzniku rybích ok mají oblasti svarů, kde dochází k martenzitické přeměně. Zdrojem vodíku je zde vnější atmosféra, povrchové nečistoty nebo ochranný plyn [8].



Obr. 21 – Rybí oko [28]



Obr. 22 – Střed rybího oka s vměstkem [28]

5 VYUŽITÍ FRAKTOGRAFICKÉ ANALÝZY V PRAXI – PŘÍČINY PORUŠENÍ OZUBENÉHO KOLA

5.1 ÚVOD K ŘEŠENÉMU PROBLÉMU

Praktickou částí této bakalářské práce je analýza příčiny lomu ocelového ozubeného kola, ke kterému došlo po nalisování součásti na hřídel. Není známo, kdy k přetržení přesně došlo, jestli to bylo okamžitě po nalisování součásti, nebo až s určitou časovou prodlevou. Bylo známo, že na součásti byla provedena cementace, kalení do oleje a popouštění. Dalšími známými údaji o vzorku bylo chemické složení, podmínky popouštění a požadované parametry na tvrdost HRC a na tloušťku cementační vrstvy.

V první fázi byla provedena fraktografická analýza v makroskopickém a mikroskopickém měřítku, kdy byla zmapována lomová plocha vzorku a následně byly pomocí rastrovací elektronové mikroskopie detailně prozkoumány jednotlivé morfologické znaky nacházející se na lomové ploše. Kromě pozorování topografie vzorku sekundárními a zpětně odraženými elektrony byla provedena EDS analýza chemického složení několika vměstků, které se na lomové ploše nacházely.

Ve druhé fázi pozorování byla provedena zkouška mikrotvrdosti podle Vickerse HV1 a byl stanoven průběh tvrdosti. Na základě průběhu tvrdosti byla zjištěna skutečná tloušťka cementační vrstvy ozubeného kola.

Doplňkem k fraktografické analýze byl metalografický rozbor výbrusu na světelném mikroskopu, který pomohl určit fáze vyskytující se v jednotlivých oblastech v materiálu a vyhodnotit výskyt vměsků.

V závěru byly vyhodnoceny výstupy výše uvedených analytických metod a naměřená data byla srovnána s požadovanými parametry vzorku.

5.2 CHARAKTERISTIKA STUDOVANÉHO VZORKU

Analyzován byl vzorek ozubeného kola (Obr. 22) vyrobeného z oceli 18CrNiMo7-6, u kterého došlo po nalisování na hřídel k rozsáhlému lomu. Není známo, zdali došlo k lomu okamžitě, nebo až s určitou časovou prodlevou. Součást byla podrobena cementaci, kalení do oleje a popouštění. V Tab. 5 jsou uvedeny požadované parametry, chemické složení použité oceli a tepelné zpracování.



Obr. 22 – Náhled ozubeného kola s trhlinou

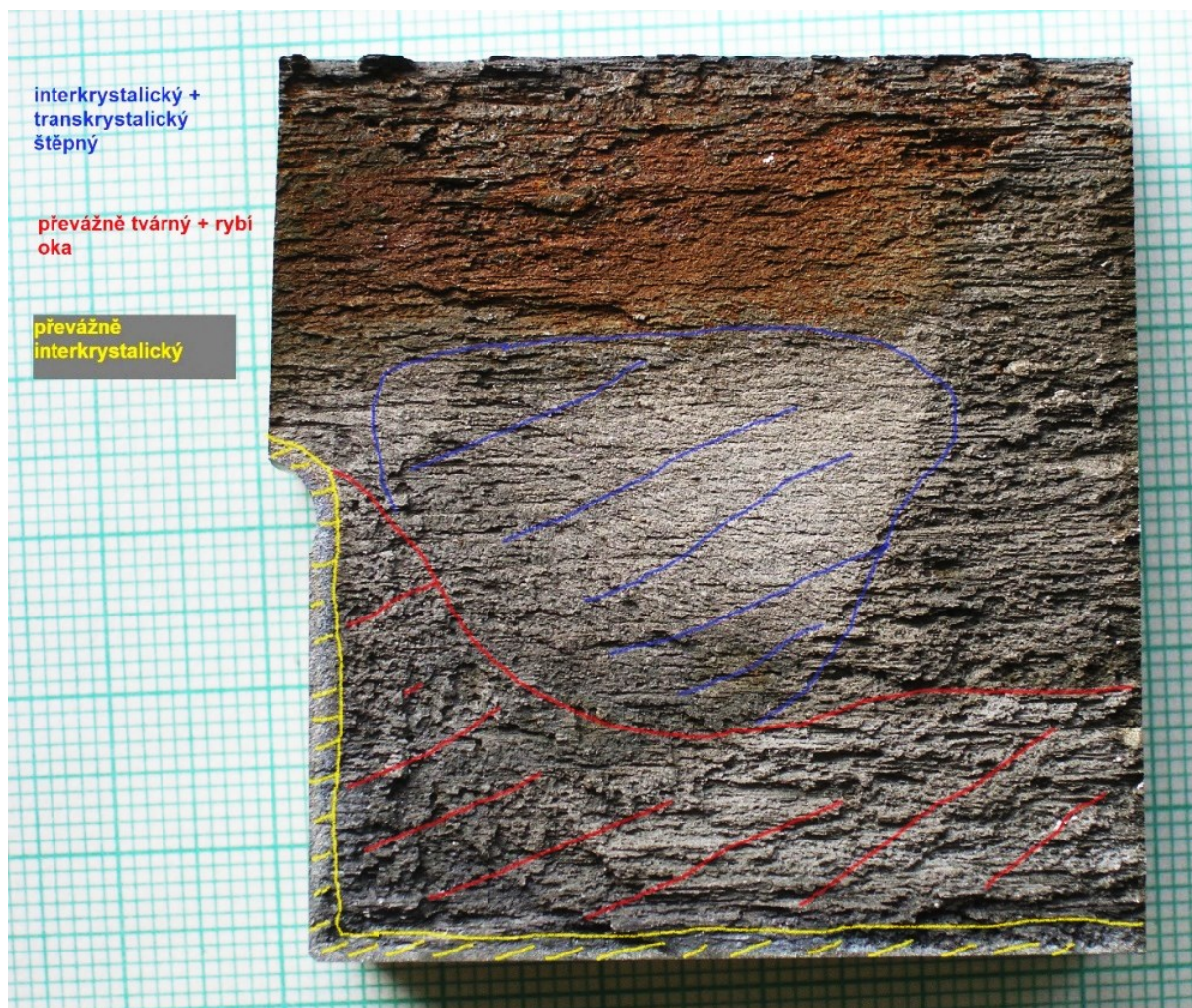
Tab. 5 – Parametry dodaných vzorků

Název oceli	18CrNiMo7-6									
Chemické složení	C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Cu	Mo	Al
[hm %]	0,18	0,84	0,30	0,009	0,026	1,56	1,54	0,18	0,3	0,03
Tepelné zpracování	Cementace									
	Kalení do oleje									
	Popouštění			T = 160°C			t = 2 a ½ h			
Tloušťka cementované vrstvy	1,3 – 1,6 mm									
Minimální tvrdost	58 HRC									

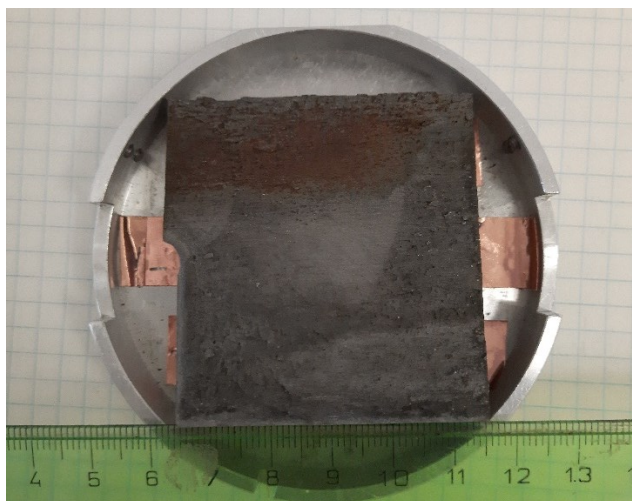
5.3 FRAKTOGRAFICKÁ ANALÝZA

Pro fraktografickou analýzu byl odebrán vzorek lomové plochy od povrchu zubu až po vybrání kola. Na základě makroskopického pozorování byly na povrchu vzorku rozlišeny oblasti s převládajícím typem lomu (Obr. 23), které byly následně podrobeny analýze rastrovacím elektronovým mikroskopem JEOL JSM – 6490 LV.

Samotnému pozorování předcházelo několikaminutové odmaštění vzorku v ultrazvukové čističce za použití acetonu. Vyčištěný vzorek, umístěný v držáku vzorku SEM je prezentován na Obr. 24. Během pozorování bylo využito zobrazení v sekundárních elektronech (SE), ve zpětně odražených elektronech (BSE) a v dílčích oblastech vzorku byla využita EDS analýza OXFORD INCA X-ACT pro identifikaci chemického složení vměstků.

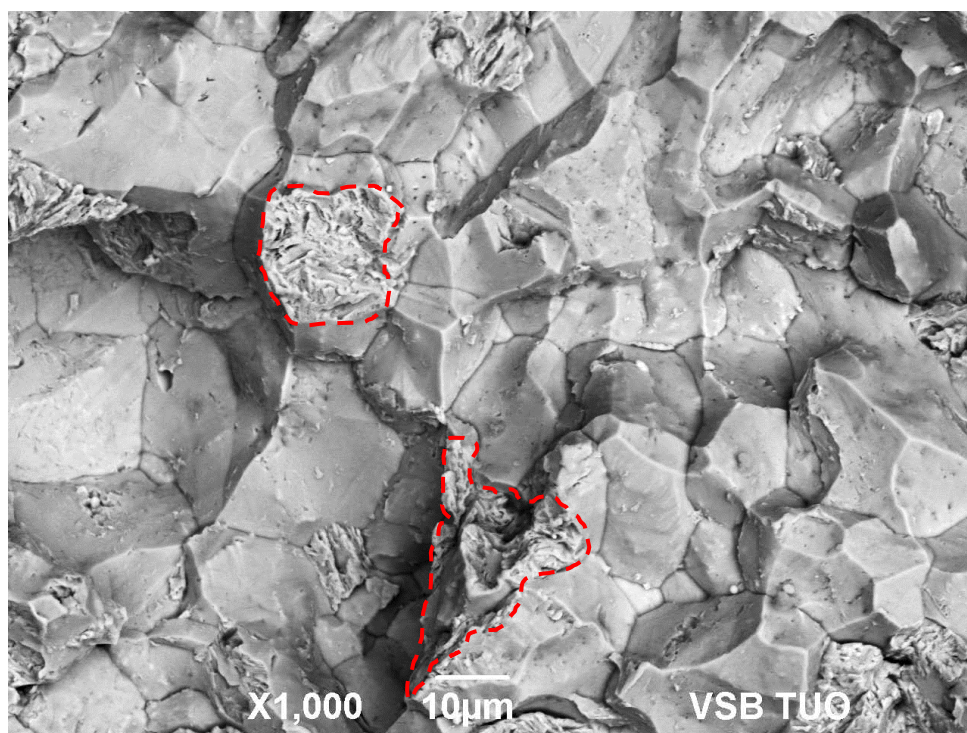


Obr. 23 – Rozdělení lomové plochy do oblastí na základě typu lomu



Obr. 24 – Povrch lomu v držáku vzorků pro SEM

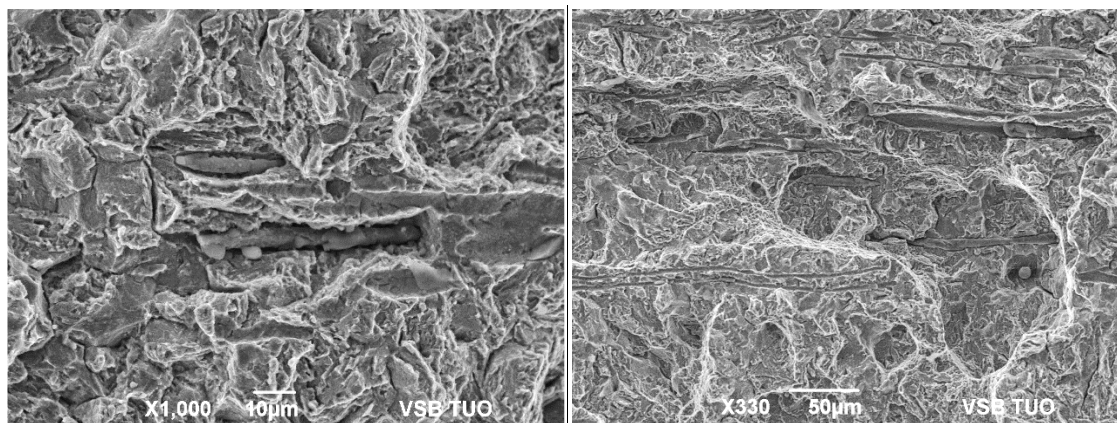
Žlutou barvou na Obr. 23 je znázorněna cementovaná oblast, vyskytující se na povrchu zubů. Typ lomu vyskytující se v této oblasti je interkrystalický křehký, v detailu zobrazený na Obr. 25. Na tomto obrázku lze zřetelně pozorovat odhalená zrna a téměř žádnou plastickou deformaci. Červenou přerušovanou čarou jsou na lomové ploše vyznačené oblasti transkrystalického štěpení, které se v blízkosti povrchu zubu vyskytují velice zřídka, ale směrem k rozhraní mezi žlutou a červenou oblastí v Obr. 23 postupně převládají. Interkrystalické a transkrystalické štěpení se prolíná v modré oblasti lomové plochy, která je podrobněji popsána dále.



Obr. 25 – Oblast cementované vrstvy (BSE)

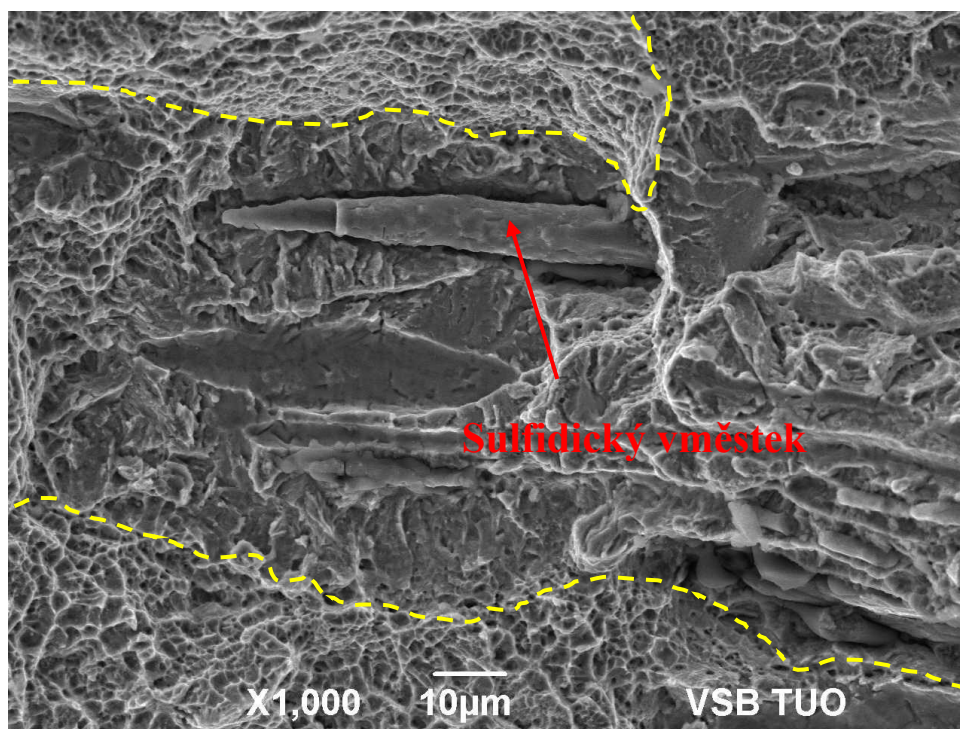
V oblasti vyznačené červenou barvou v. Obr. 23 byla objevena celá řada útvarů a morfologických znaků, které vypovídají o možné příčině lomu.

Typy lomů, které se v této oblasti vyskytují, jsou převážně tvárný jamkový, dále v menší míře štěpný transkrystalický a v oblastech okolo vměstků a rybích ok se vyskytuje kvazištěpný lom. Na Obr. 26 je zobrazena část červeně vyznačené oblasti pod povrchem vzorku, kde stále ještě převládá transkrystalické štěpné porušení.



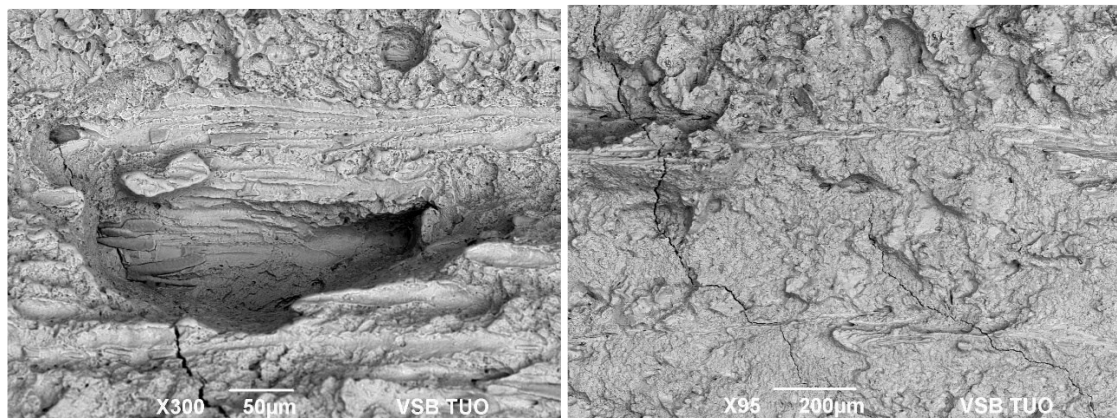
Obr. 26 – Charakter lomu ve větší vzdálenosti pod povrchem zubu (SE)

Jak již bylo zmíněno, v červené oblasti vyznačené na Obr. 23 převažuje tvárný jamkový lom a z Obr. 26 je patrné, že se na lomové ploše vyskytují podlouhlé sulfidické vměstky. Na Obr. 27 se nachází sulfidický vměstek v detailu obklopený tvárným jamkovým lomem (žlutě).



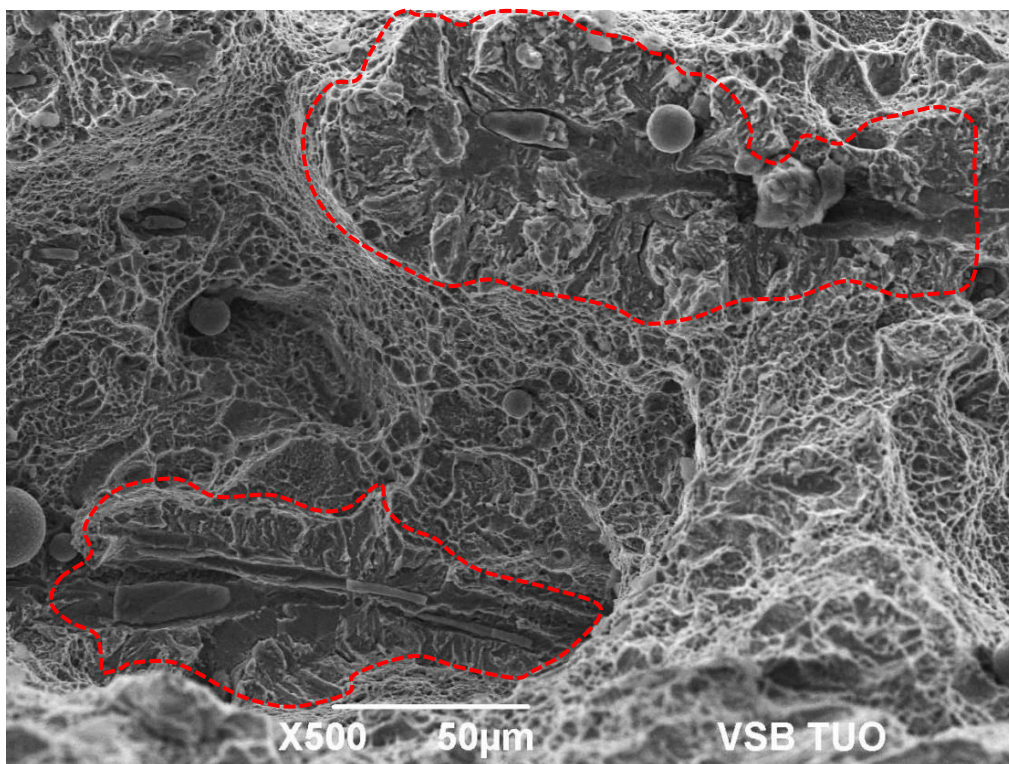
Obr. 27 – Sulfidický vměstek a tvárný jamkový lom (SE)

Na lomové ploše bylo nožné nalézt rovněž sekundární trhliny, které se koncentrovaly do okolí sulfidických vměstků (Obr. 28)

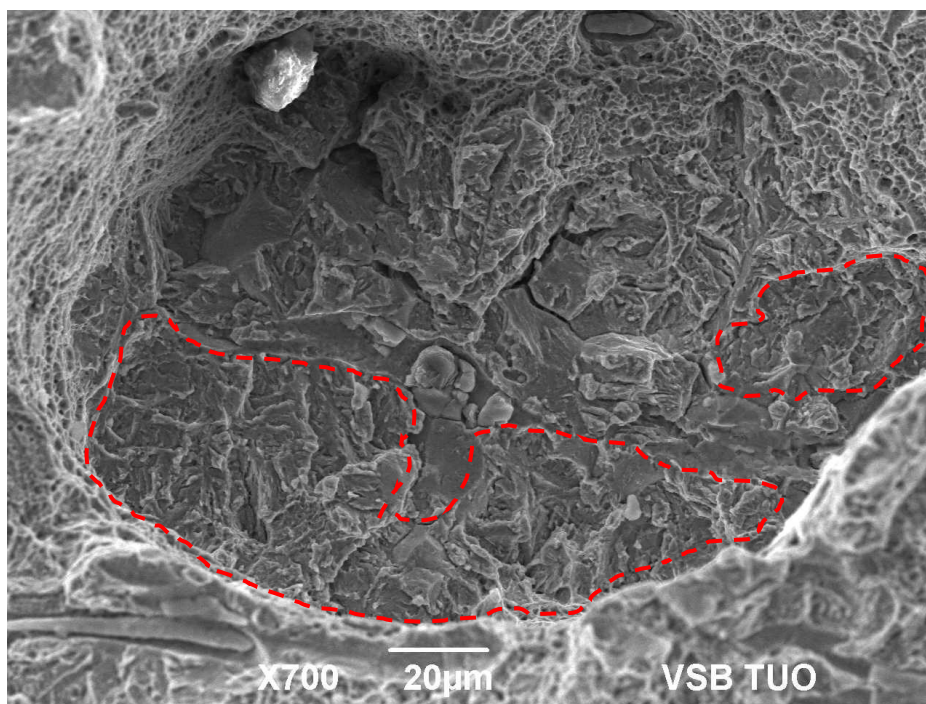


Obr. 28 – Trhliny (BSE)

Dalšími útvary, které se hojně vyskytují v červeně ohraničené části lomové plochy, jsou tzv. rybí oka, která upozorňují na přítomnost vodíku ve struktuře kovu. Původ rybích ok byl popsán v kapitole věnující se vodíkové křehkosti v teoretické části této bakalářské práce. Na Obr. 29 jsou rybí oka vyznačena. Vzhledově připomínají důlek, v jehož středu se velmi často vyskytují vměstky. K rybímu oku se často váže kvazištěpná struktura lomu (Obr. 30).

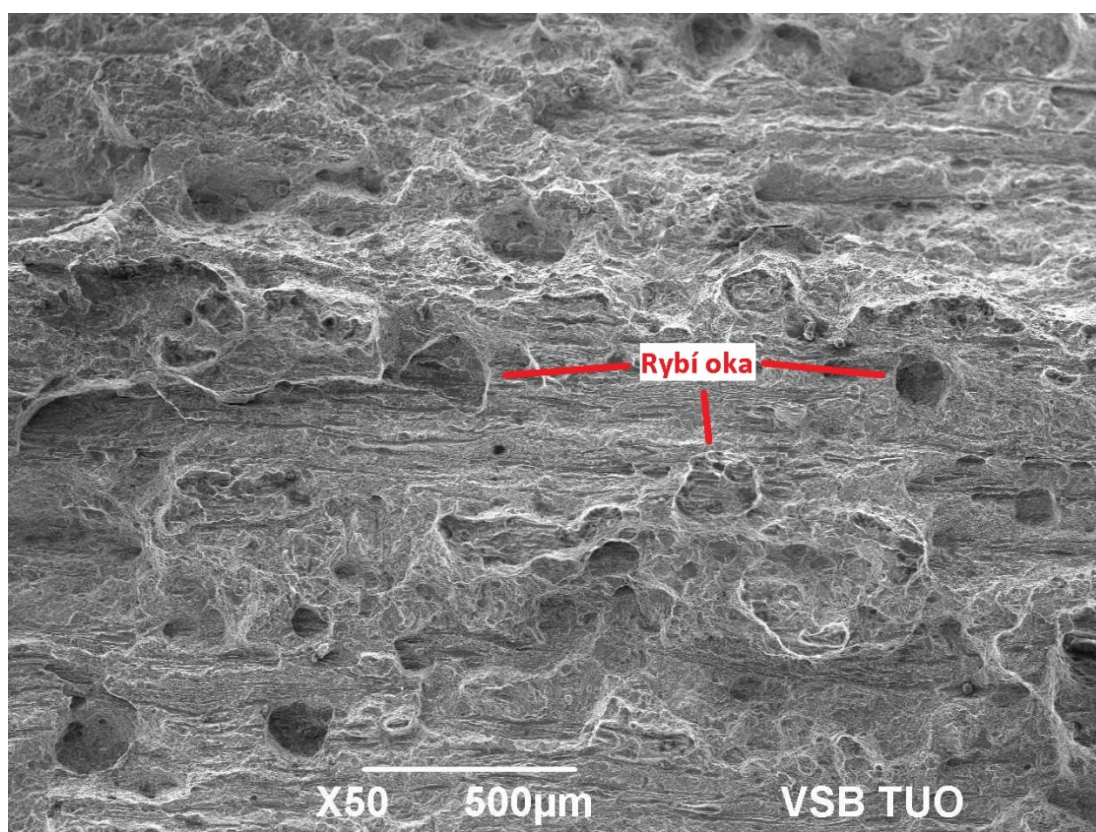


Obr. 29 – Rybí oka s vměstky ve středu (SE)



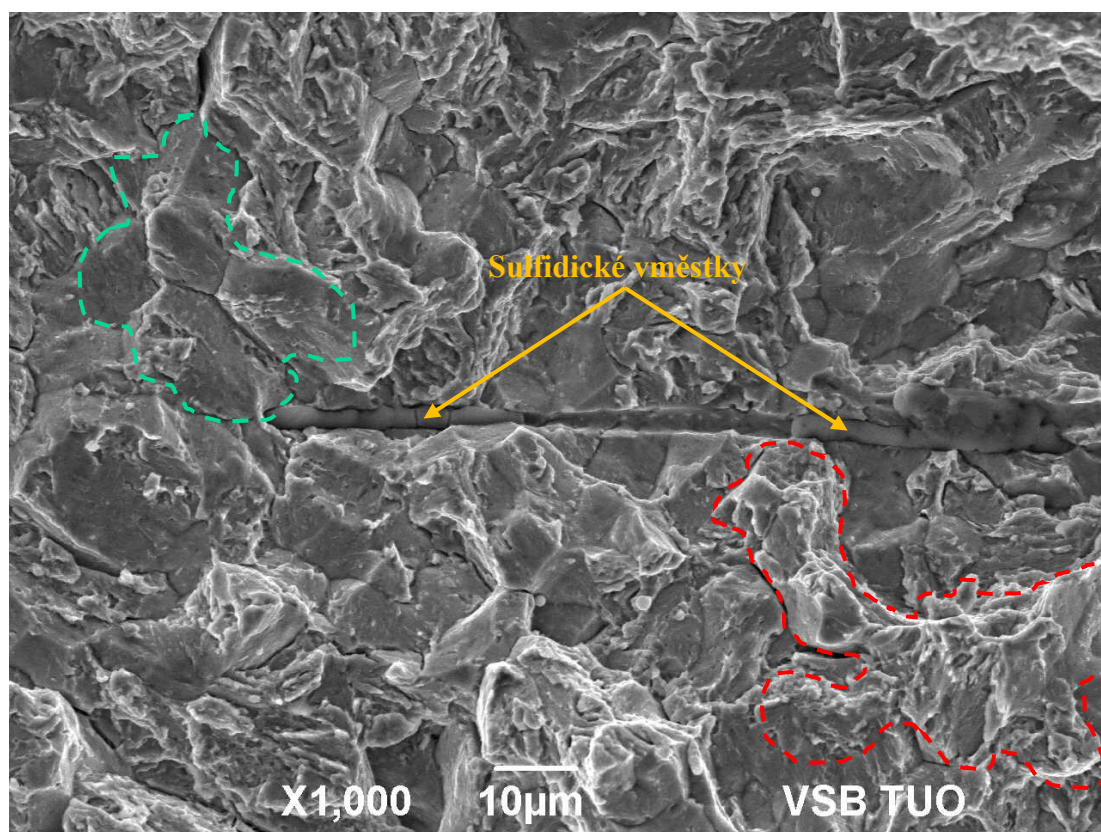
Obr. 30 – Kvazištěpný lom uvnitř rybího oka (SE)

Výskyt rybích ok, resp. vodíkové zkřehnutí materiálu, může být jedním z faktorů, které mohly hrát zásadní roli při porušení tělesa. Četnost rybích ok v jedné z oblastí na lomové ploše je znázorněna Obr. 31.

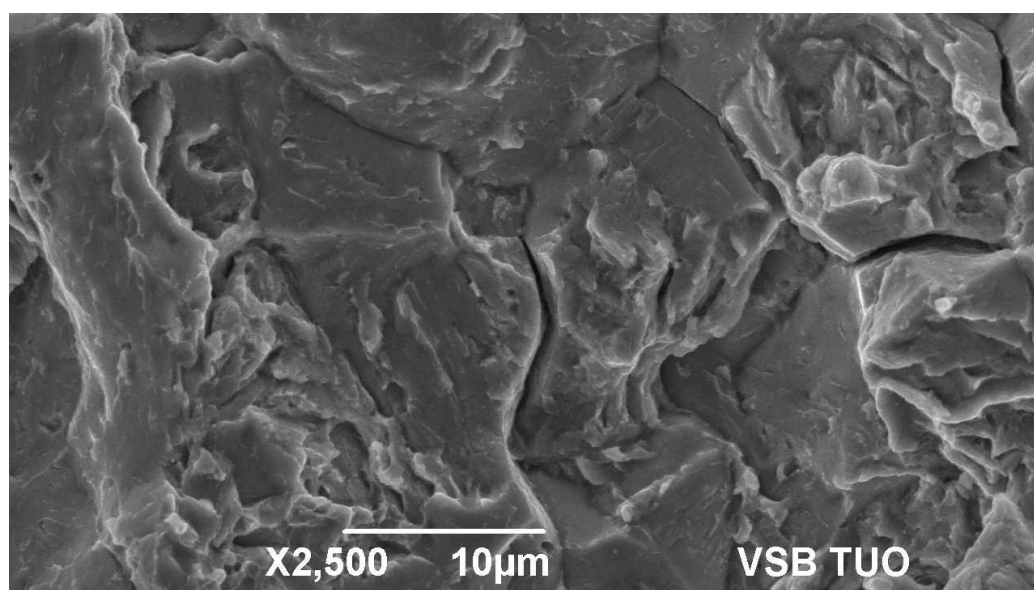


Obr. 31 – Výskyt rybích ok na lomové ploše (SE)

Střední část průřezu ozubeného kola, modře znázorněná oblast na Obr. 23, je charakteristická smíšeným křehkým transkrystalickým a interkrystalickým lomem. Rovněž zde byly pozorovány četné sulfidické vměstky a oxidické vměstky hlinitanového typu. Na Obr. 31 a 32 je tato část lomové plochy vyobrazena a popsána.



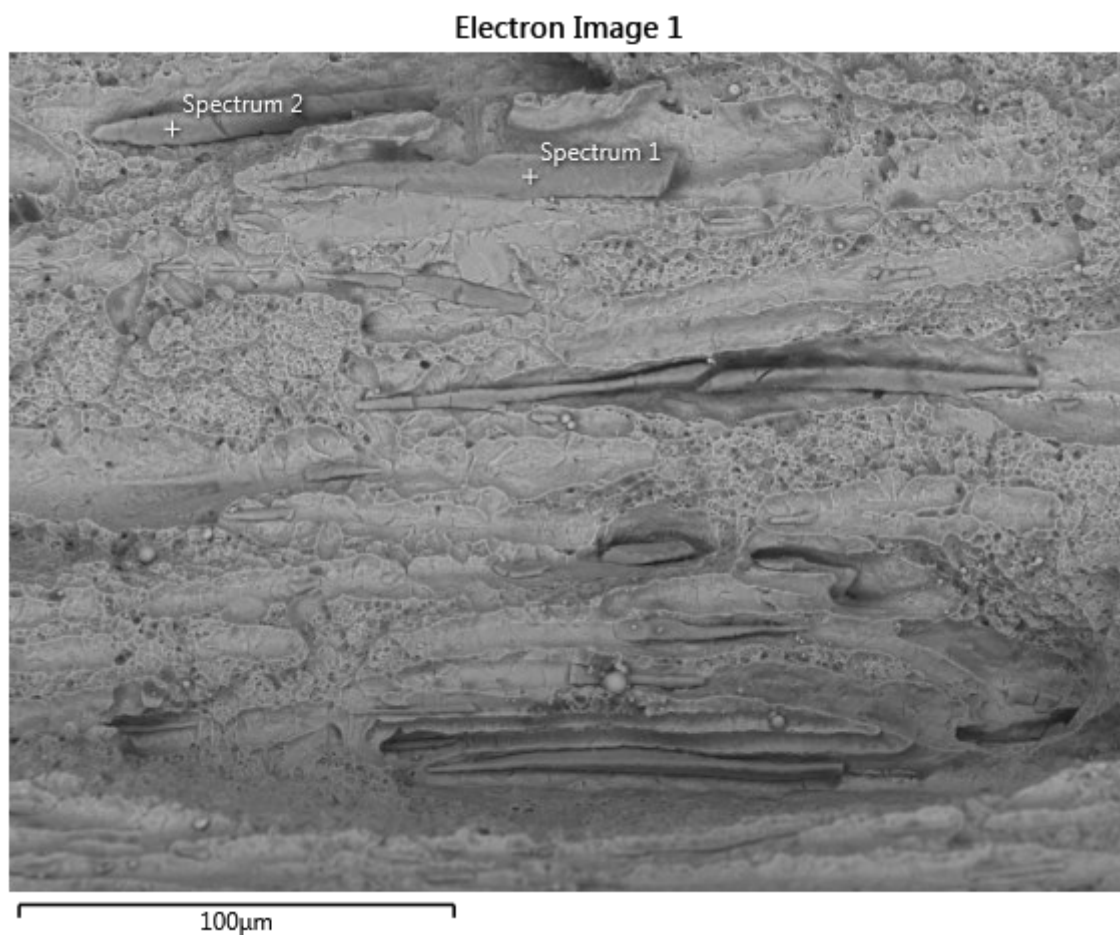
Obr. 31 – Smíšený křehký lom ze středu průřezu s vměstky (interkrystalické porušení zeleně, transkrystalické červeně)



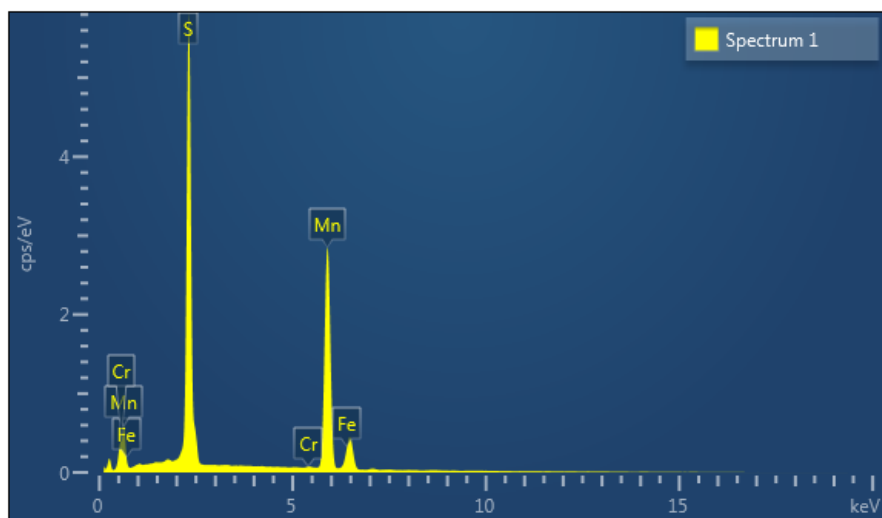
Obr. 32 – Detail lomové plochy ze středu průřezu

5.3.1 VÝSTUP EDS ANALÝZY

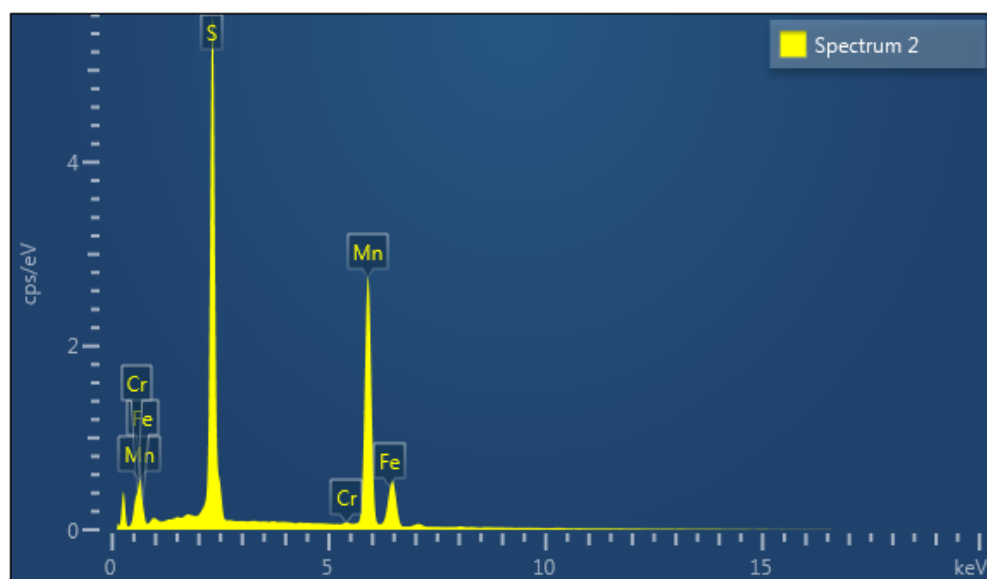
Pomocí EDS analýzy provedené analyzátořem OXFORD INCA X-ACT byly vyhodnoceny nejčastěji se vyskytující typy vměstků. Analýza odhalila, že se jedná o typ sulfidický (Obr. 33, 34 a 35) a oxidický hlinitanového typu (Obr. 36 a 37).



Obr. 33 – Identifikace sulfidického vměstku pomocí EDS analýzy chemického složení

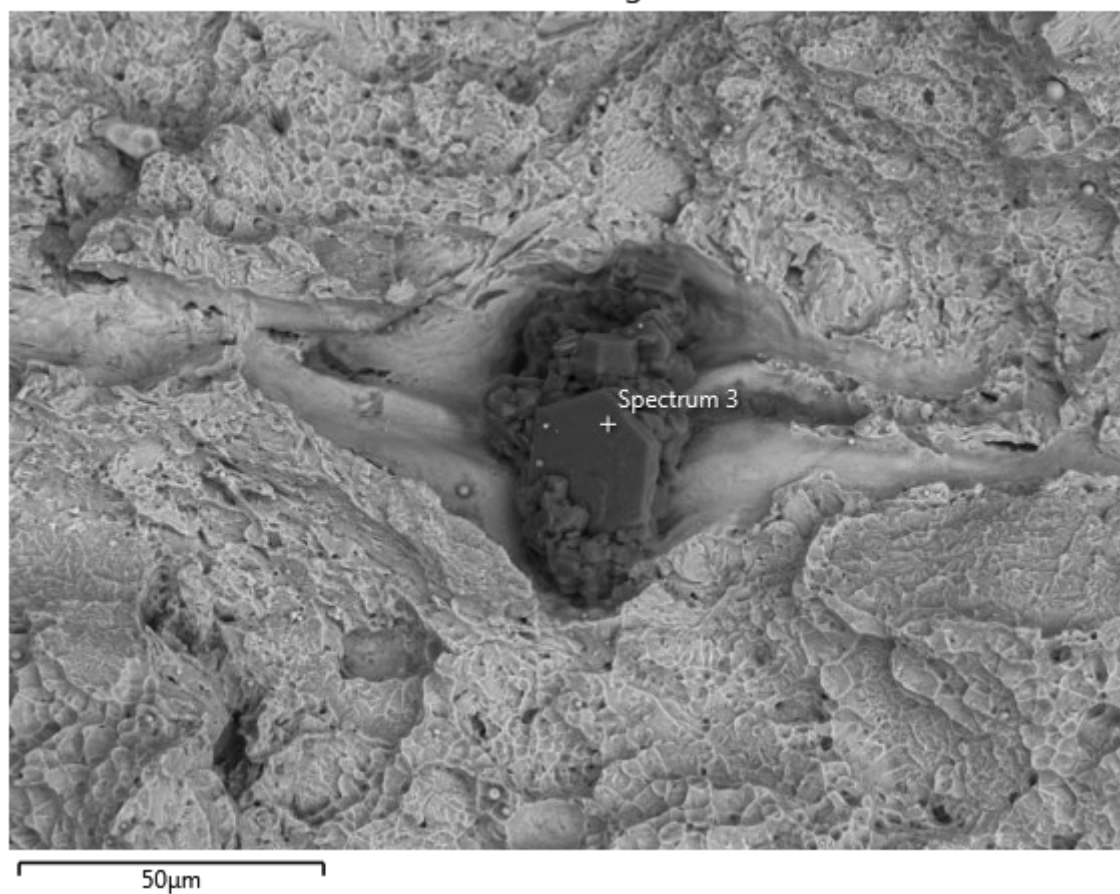


Obr. 34 – RTG spektrum 1

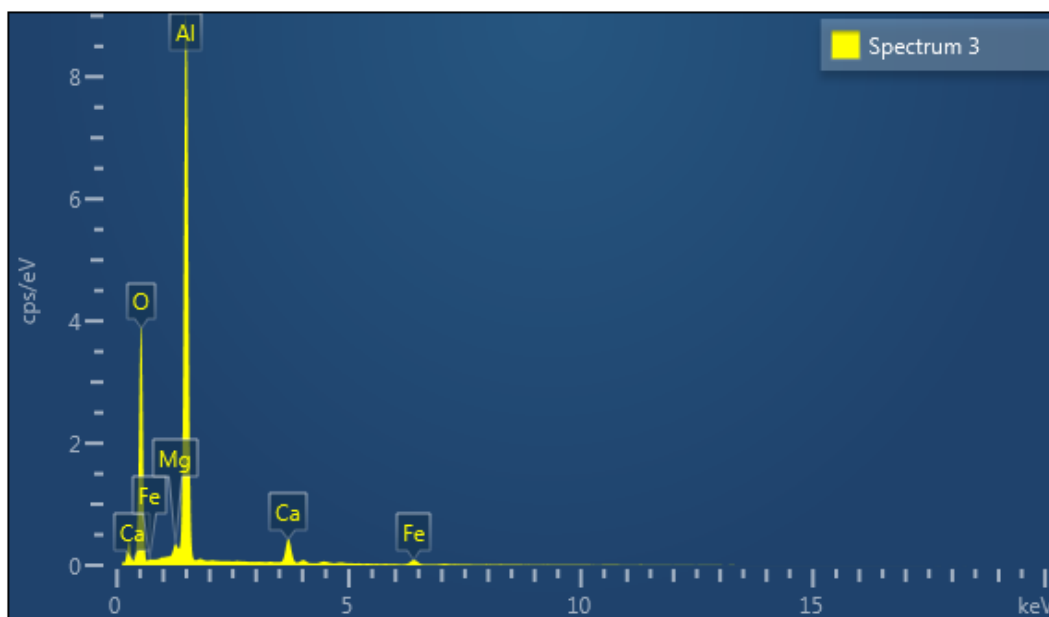


Obr. 35 – RTG spektrum 2

Electron Image 2



Obr. 36 - Identifikace oxidického vměstku pomocí EDS analýzy chemického složení



Obr. 37 – RTG spektrum 3

V Tab. 6 a 7 je uveden podíl jednotlivých prvků obsažených ve vměstcích v hmotnostních, resp. v atomárních procentech. Chemické složení bylo zjišťováno v bodech označených na obrázcích 33 a 36 jako Spectrum 1–3.

Tab. 6 – Obsah prvků v jednotlivých vměstcích [hm. %]

Spectrum Label	O	Mg	Al	S	Ca	Cr	Mn	Fe
Spectrum 1				35,5		0,3	61,5	2,7
Spectrum 2				34,4		0,4	59,5	5,8
Spectrum 3	53,4	0,8	40,9		3,3			1,6

Tab. 7 – Obsah prvků v jednotlivých vměstcích [at. %]

Spectrum Label	O	Mg	Al	S	Ca	Cr	Mn	Fe
Spectrum 1				48,5		0,3	49,1	2,1
Spectrum 2				47,3		0,3	47,8	4,6
Spectrum 3	66,8	0,7	30,3		1,6			0,6

5.4 METALOGRAFICKÁ ANALÝZA

Za použití světelného mikroskopu Olympus IX70 byla provedena metalografická analýza leštěného výbrusu zubu, která potvrdila přítomnost sulfidických a oxidických vměstků hlinitanového typu. Na základě míry výskytu vměstků byla mikročistota oceli 18CrNiMo7-6 vyhodnocena dle normy ČSN ISO 4967 metodou B.

Hodnocení vměstků probíhá následujícím způsobem. Plocha výbrusu se rozdělí na čtverce o ploše $0,50 \text{ mm}^2$, které se následně srovnávají s etalonem v normě (Obr. 38). Každé čtvercové oblasti se přiřadí daný index a podle tloušťky vměstků se určí hrubá/jemná řada. Podle rovnice (11) se určí celkový index i_{celk} a dle rovnice (12) střední hodnota indexu $i_{stř}$.

$$i_{celk} = (n_1 \times 0,5) + (n_2 \times 1) + (n_3 \times 1,5) + (n_4 \times 2) + (n_5 \times 2,5) + (n_6 \times 3) \quad (11)$$

$$i_{stř} = \frac{i_{celk}}{N} \quad (12)$$

Kde:

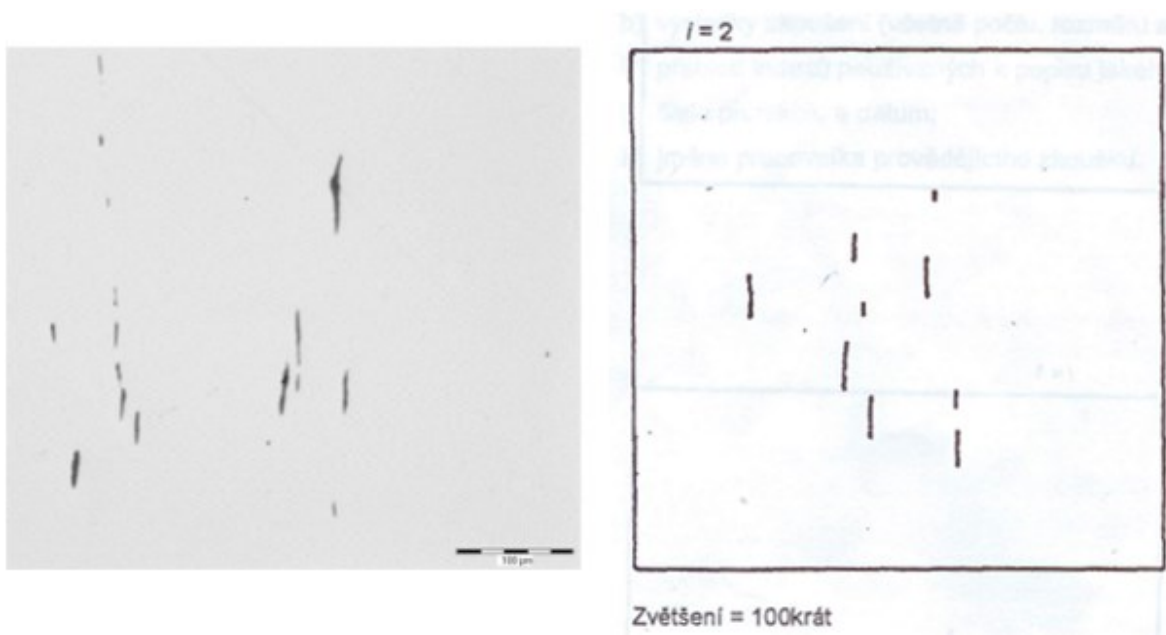
$n_1 - 6 \dots$ počet polí s daným indexem

$N \dots$ celkový počet polí

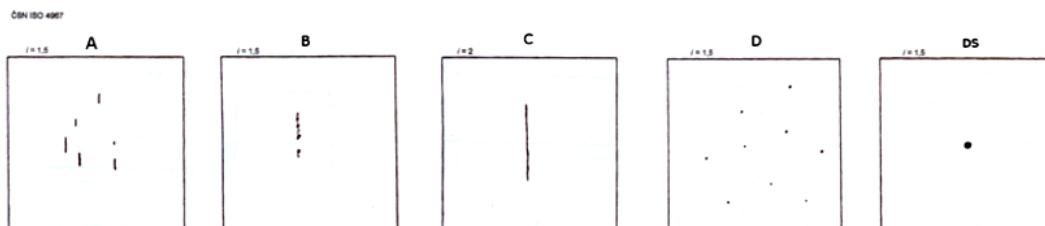
Metoda srovnávání s etalonem je rychlá a je určená pro vyhodnocování velkého množství polí. Druhou možností, která byla využita zde, je změření celkové délky vměstků a srovnání naměřené hodnoty s tabulkou na Obr. 39. Tato metoda je kvůli své časové náročnosti vhodná spíše pro vyhodnocení menšího množství dat. Výhodou je jednoznačnost vyhodnocování.

Dle normy ČSN ISO 4967 se vměstky v ocelích dělí do pěti skupin:

- A – sulfidický typ.
- B – hlinitanový typ.
- C – silikátový typ.
- D – typ globulárních oxidů
- DS – jednotlivé globule. [27]



Obr. 38 – Srovnání oblasti č. 1 s etalonem [29]

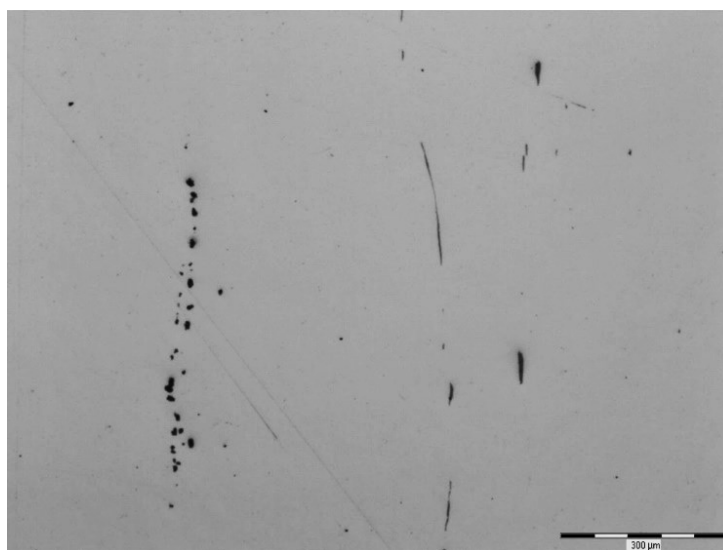


Tab. 5 Hodnotící meze (minimální hodnoty) [5]

Indexové číslo normovaného zobrazení <i>i</i>	Skupina vměstků				
	A celková délka [μm]	B celková délka [μm]	C celková délka [μm]	D četnost počet	DS průměr [μm]
0,5	37	17	18	1	13
1	127	77	76	4	19
1,5	261	184	176	9	27
2	436	342	320	16	38
2,5	649	555	510	25	53
3	898 (< 1181)	822 (< 1147)	746 (< 1029)	36 (< 49)	76 (< 107)
POZNÁMKA: Výše uvedené délkové hodnoty pro skupiny A, B, C byly vypočteny z rovnic uvedených v normě a zaokrouhleny na nejbližší celá čísla.					

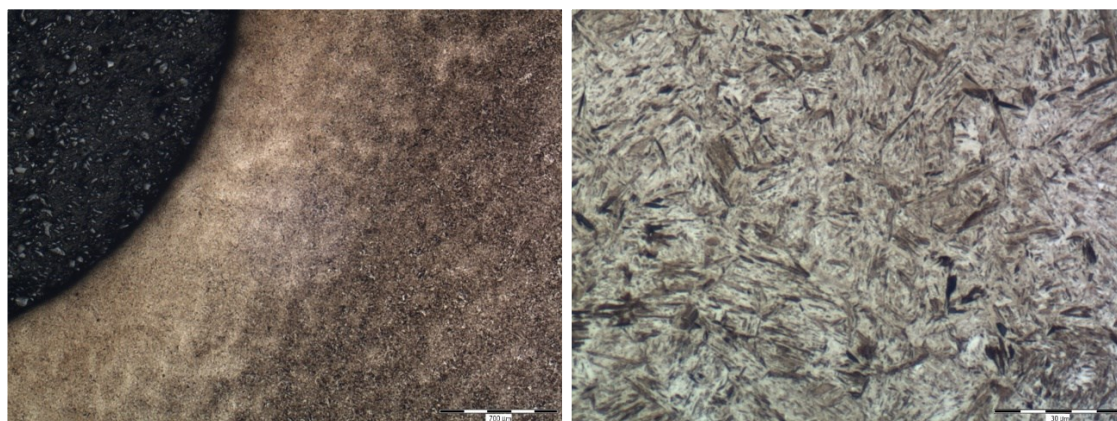
Obr. 39 – Vyhodnocení mikročistoty oceli dle celkové délky vměstků [29]

Na Obr. 38 a 40 byly naměřeny délky **530 μm** pro vměstky typu **A (sulfidické)** a **512 μm** pro typ **B (hlinitanové)**. Srovnáním s tabulkou byl oběma typům přiřazen **index 2**.



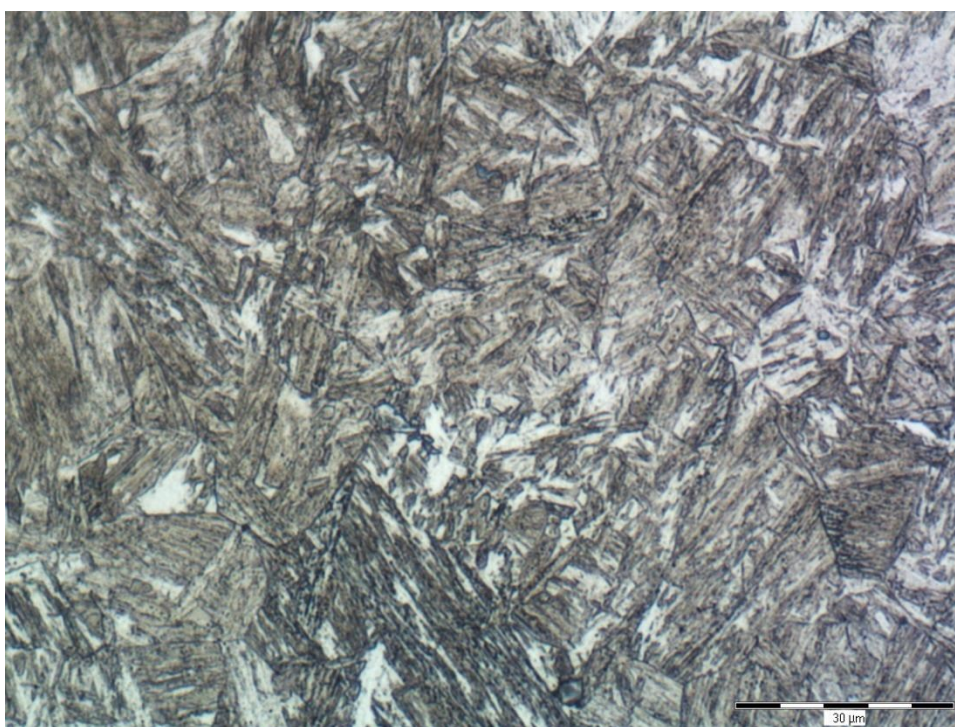
Obr. 40 – oblast č. 2

Kromě vyhodnocení vměstků bylo součástí metalografické analýzy i určení mikrostruktury v cementované vrstvě a v základním materiálu. Na Obr. 41 je dokumentována část cementované vrstvy u paty zubu a tatáž oblast v detailu. Na Obr. 42 je zobrazen detail struktury základního materiálu.



Obr. 41 – Struktura u paty zubu a její detail (vlevo)

Struktura cementované vrstvy odpovídá běžným požadavkům a je tvořena deskovým martenzitem s určitým podílem zbytkového austenitu.



Obr. 42 – Detail základního materiálu

Základní materiál je tvořen směsí lathkového martenzitu a bainitu a opět odpovídá běžným požadavkům na materiál.

5.5 MĚŘENÍ MIKROTVRDOSTI CEMENTOVANÉ VRSTVY

Poloautomatickým mikrotvrdoměrem LECO 2000 byla měřena mikrotvrdost HV1 v cementační vrstvě. Průběh tvrdosti je zaznačen v tabulce na Obr. 43.

Rada		1				
Bod	Vzdalenost	Tvrdost	Stav	DiagX	DiagY	Komentar
1	0.100	804 HV 1	OK	0.0478	0.0483	
2	0.300	755 HV 1	OK	0.0496	0.0494	
3	0.500	734 HV 1	OK	0.0493	0.0512	
4	0.700	726 HV 1	OK	0.0506	0.0504	
5	0.900	671 HV 1	OK	0.0526	0.0524	
6	1.100	629 HV 1	OK	0.0543	0.0542	
7	1.300	591 HV 1	OK	0.0560	0.0560	
8	1.500	577 HV 1	OK	0.0570	0.0564	
9	1.800	555 HV 1	OK	0.0570	0.0585	
10	2.000	531 HV 1	OK	0.0590	0.0591	
11	2.500	493 HV 1	OK	0.0611	0.0615	
12	3.000	485 HV 1	OK	0.0621	0.0615	
13	3.500	499 HV 1	OK	0.0607	0.0611	
14	0.000	488 HV 1	OK	0.0609	0.0623	ZM
15	0.000	482 HV 1	OK	0.0622	0.0617	
16	0.000	482 HV 1	OK	0.0619	0.0621	
17	0.000	493 HV 1	OK	0.0615	0.0611	
18	0.000	484 HV 1	OK	0.0621	0.0617	

Obr. 43 – Průběh tvrdosti

Z obrázku je patrné, že hodnota 550 HV1 odpovídá hloubce přibližně 1,8 mm, což znamená, že reálná hloubka cementované vrstvy je vyšší, než bylo požadováno (1,3–1,6 mm). Aritmetický průměr hodnoty tvrdosti základního materiálu je 486 HV1, což odpovídá pevnosti vyšší než 1500 MPa (převod dle ČSN EN ISO 18265). Dále byla třikrát naměřena tvrdost HRC na hlavách zubů, přičemž hodnoty měření byly 62, 62 a 61 HRC, což opět převyšovalo požadované hodnoty (58 HRC).

5.6 SHRNUTÍ VÝSLEDKŮ A DISKUZE

Po prozkoumání lomové plochy v makroměřítku byla provedena mikroanalýza vzorku přetrženého ozubeného kola metodou fraktografické analýzy za využití rastrovací elektronové mikroskopie a EDS analýzy, dále byl uskutečněn metalografický rozbor výbrusu a měření průběhu mikrotvrdosti. Na povrchu zubu byla třemi vpichy změřena hodnota tvrdosti HRC.

Makroskopickým pozorováním byla lomová plocha rozdělena do tří oblastí podle převažujícího typu lomu. Těmito oblastmi byla žlutě (Obr. 23) zvýrazněná cementovaná oblast, kde převažoval interkrystalický křehký lom, dále červená oblast navazující na cementovanou vrstvu, která byla přechodem mezi transkrystalickým křehkým lomem a převládajícím tvárným jamkovým lomem. V této oblasti se rovněž vyskytovaly sulfidické a oxidické vměstky hlinitanového typu, na které se vázala rybí oka. Vnitřní část rybích ok byla tvořena kvazištěpným lomem. Střední část lomové plochy, označená modrou barvou, byla tvořena smíšeným transkrystalickým i interkrystalickým křehkým lomem a byl zde rovněž pozorován hojný výskyt vměstků.

V dalších krocích následovala EDS analýza a metalografický rozbor, pomocí kterých byl potvrzen typ vměstků. Vměstky byly identifikovány jako sulfidické a oxidické hlinitanového typu a pomocí normy ČSN ISO 4967 bylo vyhodnoceno znečištění oceli stupně 2. Metalografický rozbor pomohl určit strukturu oceli v cementované vrstvě zubu jako deskový martenzit se zbytkovým austenitem a v základním materiálu jako směs latkového martenzitu a bainitu.

Měřením mikrotvrdosti HV1 byl určen průběh tvrdosti a hloubka cementované vrstvy, která nabývala hodnoty přibližně 1,8 mm. Tvrdost HRC naměřená třemi vpichy na povrchu zubu nabývala hodnot 62, 62 a 61.

Provedenou analýzou vyšlo najevo několik zjištění. Prvním z nich byl výskyt rybích ok, která, jak je známo, jsou projevem přítomnosti vodíku. Přítomnost vodíku, resp. vodíkové zkřehnutí, vede ke snížení hodnoty lomové houževnatosti materiálu K_{IC} . Přítomnost rybích ok naznačuje, že k lomu ozubeného kola pravděpodobně došlo s určitou prodlevou po nalisování v řádu několika hodin. Dalším jevem, který odhalila fraktografická analýza, byl výskyt vměstků, které působí nejen jako vodíkové pasti indukující vznik rybích ok, ale také jako významné koncentrátoři napětí. Vliv vodíkové křehkosti a znečištění vměstky bezesporu sehrálo roli jedné z příčin porušení, ale nejednalo se o hlavní příčinu [5].

Měření průběhu tvrdosti HV1 a tvrdosti povrchu HRC ukázalo, že nebyly dodrženy požadavky na tloušťku cementované vrstvy. Tvrdost naměřená v základním materiálu odpovídala hodnotě 486 HV1 (aritmetický průměr po čtyřech měřeních), což odpovídalo pevnosti překračující 1500 MPa. Požadovaná minimální tvrdost cementované vrstvy na povrchu odpovídala hodnotě 58 HRC a naměřená hodnota ji lehce překračovala. Jelikož byla požadovaná tvrdost definovaná jako minimální, nelze jednoznačně říct, zdali byl tento požadavek dodržen, či ne.

Tepelné zpracování bylo provedeno v pořadí cementace, kalení do oleje a popouštění a struktura pozorovaná na metalografickém výbrusu odpovídala provedenému chemicko-tepelnému zpracování. Vzhledem k vysoké hodnotě tvrdosti v základním materiálu je pravděpodobné, že popouštění provedené po kalení nebylo dostatečné, resp. probíhalo při příliš nízké teplotě nebo nedostatečně dlouho. V důsledku objemových změn struktury během martenzitické přeměny vznikají velká vnitřní pnutí, která pokud nejsou popouštěním dostatečně uvolněna, přetrvávají v materiálu ve formě zbytkového napětí. Houževnatost materiálu je v tomto případě nedostatečná [5, 30, 31].

Vzhledem k tomu, že není k dispozici výkres součásti a ani není známo, jestli byla součást nalisována za tepla nebo za studena, nelze zanedbat konstrukční nedostatek soustavy hřídel-díra. Pakliže nebylo při konstrukčním návrhu bráno v potaz zvětšení objemu součásti při kalení (a s tím spojené zmenšení průměru díry), které navíc nebylo vykompenzováno dostatečným popouštěním, mohlo být napětí působící na vnitřní stěnu díry vyšší než dovolené [5, 30, 32].

Z výše uvedených zjištění lze učinit závěr, že příčinou lomu byla s největší pravděpodobností vysoká hodnota zbytkových napětí způsobená nedostatečným popouštěním, snížení hodnoty lomové houževnatosti působením vodíkového zkřehnutí a přítomnost vměstku, jakožto vodíkových pastí a koncentrátorů napětí. Nalisováním na hřídel došlo k překročení hodnoty lomové houževnatosti materiálu a k šíření trhliny. Efekt lisování mohl být umocněn nevhodným konstrukčním řešením.

ZÁVĚR

Cílem této bakalářské práce bylo seznámení se s metodami fraktografické analýzy lomových ploch, dále získání poznatků o lomovém chování materiálů, o koncepcích popisujících toto chování a seznámení se s kategoriemi lomů a s jejich dělením podle různých kritérií. Praktickou aplikací těchto poznatků je zkoumání příčin porušení ozubeného kola.

Dodané vzorky byly vyrobeny z oceli 18CrNiMo7-6 a z pohledu chemického složení splňovaly veškeré parametry. Z makroskopického pohledu byl patrný vysoký podíl křehkého lomu, a to nejen v cementační vrstvě, ale i ve středu průřezu tělesa. Pozorování pomocí SEM pomohlo přesněji zmapovat povrch lomu z hlediska mechanismů lomu, které se projevovaly v určitých oblastech lomové plochy. Fraktografická analýza dále odhalila značné množství rybích ok, indikující vodíkové zkřehnutí. Jak již bylo zmíněno v kapitole věnující se vodíkové křehkosti, rybí oka vznikají rekombinací vodíkových atomů nejčastěji v kovaných, ale v našem případě i ve válcovaných tělesech. Rybí oka se vážou k existenci sulfidických vměstků, které byly SEM pozorováním rovněž odhaleny, a pomocí EDS analýzy bylo určeno jejich chemické složení.

Pomocí metalografické analýzy byla hodnocena struktura cementované vrstvy i základního materiálu, zjištěná martenziticko/bainitická struktura odpovídala běžným požadavkům na daný materiál. Nicméně, metodou měření Vickersovy mikrotvrdosti byly zjištěny vysoké hodnoty tvrdosti v matečném materiálu i v cementované vrstvě, které přesahovaly požadované hodnoty pro danou součást. Dále byl potvrzen výskyt převážně sulfidických vměstků a vyhodnocena míra znečištění, která odpovídala stupni 2.

Z výše uvedených zjištění lze učinit závěr, že hlavní příčinou lomu byly vysoké hodnoty vnitřního pnutí, které spolupůsobením vodíkové křehkosti, vměstků jako koncentrátorů napětí a mechanického zatížení nalisováním na hřídel vedly k porušení tělesa. Hlavním faktorem byla pravděpodobně nedostatečně vysoká teplota popouštění, která měla za úkol snížit hodnoty vnitřního pnutí po chemicko-tepelném zpracování.

SEZNAM ZKRATEK A POUŽITÝCH SYMBOLŮ

<i>Označení</i>	<i>Jednotka</i>	<i>Popis</i>
A		Numerická apertura (rovnice 1)
a	mm	Délka trhliny (rovnice 5, 6, 9)
a_k	mm	Kritická délka trhliny (rovnice 4)
BSE		Zpětně odražený elektron (<i>Backscattered Electron</i>)
CMO		Stereomikroskop se společným hlavním objektivem (<i>Common Main Objective</i>)
E	GPa	Modul pružnosti v tahu (rovnice 4, 5, 8)
EDS		Energiově disperzní spektrometr(ie)
EM		Elektromagnetický
ESD		Detektor ionizovaného plynu pro LV a ESEM (<i>Environmental Secondary Detector</i>)
ESEM		Environmentální rastrovací elektronový mikroskop (<i>Environmental Scanning Electron Microscope</i>)
E-T		Everhart-Thornleyho detektor
f		Tvarová funkce závislá na geometrii tělesa (rovnice 9)
FEG		Autoemisní elektronové dělo (<i>Field Emission Gun</i>)
G	J/m ²	Hnací síla trhliny (rovnice 6)
h	Js	Planckova konstanta ($6,626 \cdot 10^{-34}$ Js) (rovnice 3)
HRC		Tvrдость podle Rockwella, indentorem je diamantový kužel
HV1		Tvrдость podle Vickerse, zatížení 1 kg
i_{celk}		Celkový index znečištění vměstky (rovnice 11, 12)
i_{stř}		Střední index znečištění vměstky (rovnice 12)
K_I	MPa√m	Faktor intenzity napětí (rovnice 8, 9, 10)
K_{IC}	MPa√m	Kritická hodnota faktoru intenzity napětí
KPC		Kubická plošně centrovaná mřížka
LV		Rastrovací elektronový mikroskop s nízkým vakuem (<i>Low Vacuum SEM</i>)

M₆C		Karbid typu M ₆ C, M = kov
N		Celkový počet vyhodnocovaných polí (rovnice 12)
n₁₋₆		Počet polí 1 – 6 s daným indexem (rovnice 12)
ppm		Jedna miliontina celku (<i>Parts Per Million</i>)
R	J/m ²	Odpor vůči šíření trhliny
R_p	MPa	Napětí na mezi kluzu (rovnice 10)
r_p	mm	Poloměr plastické zóny (rovnice 10)
RTG		Rentgenové záření
SE		Sekundární elektrony
SEM		Rastrovací elektronová mikroskopie (<i>Scanning Electron Microscopy</i>)
T_t	°C	Teplota tavení
VDS		Vlnově disperzní spektrometr(ie)
W_c	J	Celková mechanická energie
W_e	J	Elastická energie
W_p	J	Potenciální energie vnějších sil
α	°	Polovina vrcholového úhlu kužele paprsků vstupujících do objektivu
γ	J/m ²	Povrchová energie materiálu
ΔE	J event. eV	Energetická ztráta dopadajícího elektronu
λ	nm	Vlnová délka
μ		Index lomu prostředí
σ_k	MPa	Kritické napětí
ν	Hz	Frekvence fotonu

SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY

- [1] MICHNA, Štefan a Ivan LUKÁČ. *Praktická fraktografie*. Ústí nad Labem: Univerzita J.E. Purkyně v Ústí nad Labem. ISBN 978-80-7414-496-7.
- [2] MASON, James J. Material Failures: Fractography in Determining the Cause. In: *ARCCA* [online]. 23. 5. 2017 [cit. 2021-04-22]. Dostupné z: <https://arcca.com/material-failures-the-role-of-fractography-in-determining-the-cause/>
- [3] VODÁREK, Vlastimil. *Metody studia struktury* [online]. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2012 [cit. 2021-03-07]. ISBN 978-80-248-2559-5. Dostupné z: <http://www.person.vsb.cz/archivcd/FMMI/MSS/Metody%20studia%20struktury.pdf>
- [4] FLEGLER, Stanley L., John W. HECKMAN, JR a Karen L. KLOMPARENS. *Scanning and Transmission Electron Microscopy: An Introduction*. III. Title. New York: Oxford University Press, 1995. ISBN 978-0-19-510751-7.
- [5] HRIVŇÁK, Ivan. *Fraktografia* [online]. Bratislava, 2009 [cit. 2021-03-26]. Dostupné z: <https://pdfslide.tips/documents/fraktografia.html>. Skripta. Slovenská technická univerzita.
- [6] JEOL JSM-7610FPlus Field Emission SEM. *JEOL USA* [online]. [cit. 2021-4-29]. Dostupné z: <https://www.jeolusa.com/PRODUCTS/Scanning-Electron-Microscopes-SEM/FE-SEM/JSM-7610FPlus>
- [7] KOUTSKÝ, Jaroslav, František JANDOŠ a Vojtěch KAREL. *Lomy ocelových částí*. Praha: SNTL - Nakladatelství technické literatury, 1976.
- [8] BECKER, Wiliam T. a Roch J. SHIPLEY. *ASM Handbook: Volume 11 Failure Analysis and Prevention*. Second printing. Ohio: ASM International, 2004. ISBN 978-0-87170-704-8.
- [9] NOTHNAGLE, Paul E., William CHAMBERS a Michael W. DAVIDSON. Introduction to Stereomicroscopy. In: *MicroscopyU* [online]. Tallahassee: The Florida State University, 2021 [cit. 2021-02-15]. Dostupné z: <https://www.microscopyu.com/techniques/stereomicroscopy/introduction-to-stereomicroscopy>
- [10] JÄGER, A. a V. GÄRTNEROVÁ. Elektronovým mikroskopem do nitra materiálů aneb jak vypadá jejich struktura. In: *Fyzikální ústav AV ČR* [online]. Praha: FZU AV ČR, 8. 9. 2017 [cit. 2021-02-19]. Dostupné z: <https://www.fzu.cz/aktuality/elektronovym-mikroskopem-do-nitra-materialu-aneb-jak-vypada-jejich-struktura>
- [11] KOPECKÁ, Jitka a Petra ŠALAMÚNOVÁ. *Elektronová mikroskopie – [EM]* [online]. In: Praha: VŠCHT, s. 8 [cit. 2021-03-20]. Dostupné z: https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010367/0086~c_WNNzIwtAQA.pdf?redirected
- [12] Electron Sources. *Ask Metallurgy* [online]. 2020 [cit. 2021-4-26]. Dostupné z: <https://askmemetallurgy.com/electron-microscopy/>
- [13] MATĚJKA, Pavel. *Elektronová mikroskopie a RTG spektroskopie* [přednáška]. Praha: VŠCHT. [online]. [cit. 2021-03-12]. Dostupné z: <https://fchi.vscht.cz/files/uzel/0010359/06-Elektronova-mikroskopie-a-RTGspektroskopie.pdf?redirected>
- [14] Scanning Electron Microscopy: Electron microscopy reference focusing on the types of electrons that are detected using scanning electron microscopes. In: *ThermoFisher Scientific* [online]. Waltham, USA [cit. 2021-03-12]. Dostupné z:

<https://www.thermofisher.com/cz/en/home/materials-science/learning-center/applications/sem-electrons.html>

[15] KUBÍNEK, Roman. *Základy elektronové mikroskopie – interakce PES se vzorkem* [přednáška]. Olomouc: Přírodovědecká fakulta UP v Olomouci. [online]. [cit. 2021-03-12]. Dostupné z: <https://fyzika.upol.cz/cs/system/files/download/vujtek/texty/zanan-ns-A.pdf>

[16] NISHIMURA, Masako, Kaori ICHIKAWA a Masahiko AJIMA. Features and applications of Hitachi tabletop microscope TM3030Plus. *Hitachi Global* [online]. [cit. 2021-4-26]. Dostupné z: https://www.hitachi-hightech.com/global/sinews/technical_explanation/07071/

[17] MARTYKÁNOVÁ, Eva. *Rtg záření, jeho vlastnosti a využití* [online]. Brno, 2007 [cit. 2021-03-16]. Dostupné z: https://is.muni.cz/th/84466/pedf_m/rtg_zareni_diplomka.pdf. Diplomová práce. Masarykova univerzita v Brně.

[18] LASEK, Stanislav. *Základy degradačních procesů* [online]. Ostrava, 2013 [cit. 2021-01-30]. Dostupné z: https://www.fmfi.vsb.cz/export/sites/fmfi/modin/cs/studijni-opory/resitelsky-tym-3-materialove-izenyrstvi/zaklady-degradacnich-procesu/Lasek_Zaklady_degradacnich_procesu.pdf. Učební text. Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava.

[19] KUNZ, Jiří. *Aplikovaná lomová mechanika. 4. přeprac.* Praha: Vydavatelství ČVUT, 2005. ISBN 80-01-03306-6. Dostupné z: https://www.researchgate.net/publication/276202726_Aplikovana_lomova_mechanika

[20] MAZANCOVÁ, Eva. *Technické materiály I* [online]. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2012 [cit. 2021-04-26]. ISBN 978-80-248-2577-9. Dostupné z: <https://docplayer.cz/24480860-Technicke-materialy-i-kovove-materialy.html>

[21] KVAPIL, Tomáš. *Fraktografie lomových ploch za použití rastrovací elektronové mikroskopie* [online]. Ostrava, 2013 [cit. 2021-3-27]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/10084/99430>. Bakalářská práce. Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava.

[22] STREET, Steven R. a kol. Atmospheric pitting corrosion of 304L stainless steel: the role of highly concentrated chloride solutions. *Royal Society of Chemistry* [online]. 2014 [cit. 2021-4-27]. Dostupné z: https://pubs.rsc.org/image/article/2015/fd/c4fd00246f/c4fd00246f-f3_hi-res.gif

[23] PRABHU, Shivananda. How to Effectively Recognize, Prevent and Treat Pitting Corrosion. *Corrosionpedia* [online]. Edmonton, 2020, 26. 10. 2020 [cit. 2021-4-27]. Dostupné z: https://www.corrosionpedia.com/images/uploads/dreamstime_m_132569724_car-valve-stem-pitting-corrosion_1000px.jpg?height=580&width=940

[24] SOJKA, Jaroslav. *Odolnost ocelí vůči vodíkové křehkosti*. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2007. ISBN 978-80-248-1648-7.

- [25] KONEČNÁ, Kateřina. *Vliv vodíku na fyzikálně metalurgické a mechanické vlastnosti superslitin niklu* [online]. Ostrava, 2017 [cit. 2021-5-4]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/10084/122041>. Disertační práce. Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava.
- [26] TURNBULL, A. *Hydrogen diffusion and trapping in metals*. In Gaseous Hydrogen Embrittlement of Materials in Energy Technologies. USA: Woodhead Publishing Limited, 2012, 624-663. ISBN 9781845696771.
- [27] Hydrogen Blistering (3/3). In: *King Fahd University of Petroleum & Minerals* [online]. Dahrán [cit. 2021-04-17]. Dostupné z: <https://faculty.kfupm.edu.sa/me/hussaini/corrosion%20engineering/Images/Hydrogen-epoxy.JPG>
- [28] HOLEŠINSKÁ, Yulia. *Fraktografická analýza lomových ploch tahových zkušebních tyčí z oceli TRIP 800 po vodíkování* [online]. Ostrava, 2013 [cit. 2021-3-30]. Dostupné z: <http://hdl.handle.net/10084/99168>. Diplomová práce. Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava.
- [29] ČSN ISO 4967. *Ocel - Stanovení obsahu nekovových vměstků: Mikrografická metoda využívající normovaná zobrazení*. Třetí vydání. Praha: Český normalizační institut, 2015.
- [30] VÁŇOVÁ, Petra. *Základy tepelného zpracování* [online]. Ostrava: VŠB – Technická univerzita Ostrava, 2011 [cit. 2021-4-29]. Dostupné z: <https://www.vsb.cz/edudocs/files/ed70d326-62af-4f08-a06a-df4284834f88>
- [31] MAKHLOUF, Abdel Salam Hamdy a Mahmood ALIOFKHAZRAEI, ed. *Handbook of materials failure analysis: with case studies from the construction industries*. Oxford: Elsevier, Butterworth-Heinemann, 2018. ISBN 978-0-08-101928-3.
- [32] NOHÁČ, Marek. *Ústav konstruování a částí strojů: Návrh poloautomatické montážní stanice konektoru s O-kroužkem* [online]. Praha, 2017 [cit. 2021-4-29]. Dostupné z: <https://core.ac.uk/download/pdf/84834161.pdf>. Diplomová práce. Fakulta strojní ČVUT.